



Centre d'Etudes Doctorales : Sciences et Techniques de l'Ingénieur

N° d'ordre 78/2020

THESE DE DOCTORAT

Présentée par

Mme Fadoua BENNOUNA

Discipline : Biologie

Spécialité : Biotechnologies

Sujet de la thèse : Apport de la biotechnologie microbienne pour la lutte contre la biodétérioration du bois par les biofilms

Formation Doctorale : Sciences et Génie de la matière, de la Terre et de la Vie.

Thèse présentée et soutenue le **Samedi 19 Décembre 2020 à 10h** au centre des conférences devant le jury composé de :

Nom Prénom	Titre	Etablissement	
Sanae GUISSI	PES	Faculté des Sciences et Techniques - Fès	Présidente
Abdelhamid EL MOUSADIK	PES	Faculté des Sciences - Agadir	Rapporteur
Hassan LATRACHE	PES	Faculté des Sciences et Techniques - Beni Mellal	Rapporteur
Mohamed ELHASSOUNI	PES	Faculté des Sciences Dhar El Mehraz - Fès	Rapporteur
Abdelatif BOUKIR	PES	Faculté des Sciences et Techniques - Fès	Examineur
Soumya EL ABED	PH	Faculté des Sciences et Techniques - Fès	Examineur
Saad IBNSOUDA KORAICHI	PES	Faculté des Sciences et Techniques - Fès	Directeurs de thèse
Mohammed LACHKAR	PES	Faculté des Sciences Dhar El Mehraz - Fès	

Laboratoire d'accueil : Biotechnologie Microbienne et Molécules Bioactives / Ingénierie des Matériaux Organométalliques et Moléculaires.

Etablissements : Faculté des Sciences et Techniques Fès / Faculté des Sciences Dhar El Mehraz Fès.



Centre d'Etudes Doctorales : Sciences et Techniques de l'Ingénieur

Résumé de la thèse

Le bois de cèdre est considéré comme un des noyaux de l'identité culturelle Marocaine à travers différents édifices uniques constituant le patrimoine historique de ce pays. Cependant, ces ressources culturelles et patrimoniales sont aujourd'hui confrontées à des défis majeurs liés à l'adhésion des microorganismes à leurs surfaces et la formation des biofilms beaucoup plus résistants entraînant ainsi la destruction et la perte de leur aspect historique. De ce fait, le but de ces travaux de thèse était de participer à l'entretien préventif de ces ressources par le développement d'un mélange d'huiles végétales et essentielles capable d'agir au stade embryonnaire de la formation des biofilms afin d'empêcher son développement à la surface du bois de cèdre.

Une caractérisation chimique des quatre huiles essentielles étudiées (*Mentha pulegium*, *Rosmarinus officinalis*, *Cedrus atlantica* et *Cananga odorata*) ainsi que leurs activités antimicrobiennes contre des bactéries et des champignons causant une pourriture du bois de cèdre ont été déterminées. Les résultats montrent que les quatre huiles essentielles présentent une activité antimicrobienne variable contre l'ensemble des souches utilisées avec une activité antimicrobienne et antifongique remarquable pour l'huile de *M. pulegium*.

Par la suite, une étude sur l'influence des huiles végétales et des huiles essentielles sur la physicochimie de la surface du bois ainsi que leur effet sur l'adhésion des souches fongiques étudiées a été réalisée. Les résultats ont révélé une modification des propriétés physicochimiques du bois. En effet, les huiles végétales ont gardé le caractère hydrophobe du bois de cèdre avec une légère augmentation du caractère donneur d'électrons. Les huiles essentielles quant à elles ont rendu la surface du bois hydrophile avec une augmentation considérable du caractère donneur d'électrons à l'exception de l'huile de *R. officinalis* et de *C. atlantica*. De plus, les huiles végétales et essentielles ont toutes les deux montré une activité antiadhésive. Cependant, les huiles essentielles ont, généralement, un meilleur effet que les huiles végétales.

Enfin, une étude sur l'effet de quelques mélanges d'huiles végétales et essentielles sur les propriétés de surface du bois de cèdre et leur effet sur le comportement adhésif des souches fongiques a été effectuée. Les huiles utilisées sont celles ayant montré un effet antiadhésif contre les souches fongiques. Cette étude a été achevée par le développement d'une bio-formulation qui a fait l'objet d'un brevet. Ladite formulation écologique maintient le caractère hydrophobe du bois et lui confère un caractère donneur d'électrons considérable tout en exerçant un pouvoir à la fois répulsif et antiadhésif contre les champignons responsables de la biodégradation du bois de cèdre.

Mots clés : Adhésion, Champignons, Biodégradation, Bois de cèdre, Huiles essentielles, Huiles végétales, Bio-formulation.

Dédicaces

A la mémoire de ma mère Souad BENNOUNA

Tu as été toujours ma première supportrice, celle qui m'a soutenue quelle que soit la situation et quels que soient les choix que j'ai eus à faire durant ma vie. Je souhaite par le biais de ce mémoire te remercier pour ton amour et tes sacrifices.

A mon père Khalid BENNOUNA

Tu m'as donné un meilleur modèle de labeur et de persévérance. Merci d'être toujours là pour moi.

A mes chers frères Youssef et Zakaria

Merci pour vos encouragements durant ces années d'études.

A ma sœur Meryeme, ma nièce Salma et mon neveu Ilyas

Merci pour votre appui et vos conseils précieux tout au long de ces années.

A mon mari Anas CHRAIBI

Merci pour ton amour, ton soutien et ta compréhension.

A mon bébé Mehdi

Merci de donner un sens à ma vie. Merci pour le bonheur et la joie que tu m'as apportés depuis ton arrivé à ce monde. Je t'aime mon Mhidou !

Remerciements

Ce travail de thèse a été réalisé au sein du Laboratoire de Biotechnologie Microbienne et Molécules Bioactives (LBM2B) de la Faculté des Sciences et Techniques de Fès en collaboration avec le Laboratoire d'Ingénierie des Matériaux Organométalliques, Moléculaires et Environnement (LIMOME) de la Faculté des Sciences de Fès. En préambule à ce mémoire de thèse, je tenais à remercier celles et ceux qui ont contribué à l'accomplissement de ma démarche.

Je remercie tout d'abord mes directeurs de thèse Professeur Saad IBNSOUDA KORAICHI et Professeur Mohammed LACHKAR. Merci pour la confiance que vous m'avez accordée durant ces six années de recherche, pour votre encadrement et pour l'autonomie avec laquelle vous m'avez laissé mener mon projet de thèse. Merci également pour votre soutien dans les moments délicats.

Merci au Professeur Saad IBNSOUDA KORAICHI de m'avoir intégré dans votre équipe de recherche d'Ingénierie des Biofilms et Bioénergie au sein du LBM2B afin que je puisse réaliser ma thèse. Je vous en suis reconnaissante pour m'avoir guidé dans ma démarche scientifique et pour m'avoir fait partager votre goût pour la recherche.

Merci au Professeur Mohammed LACHKAR de m'avoir permis de faire mon entrée dans votre groupe de recherche de Chimie Macrocyclique et Substances Naturelles au sein du LIMOME. Je vous en suis reconnaissante pour votre disponibilité et pour m'avoir légué votre rigueur scientifique.

J'adresse aussi mes remerciements au professeur Soumya EL ABED pour votre accompagnement au cours de ma thèse, votre encouragement et vos discussions scientifiques. Merci également pour votre amitié et votre gentillesse.

J'exprime ma plus profonde gratitude aux membres du jury qui m'ont fait l'honneur de juger ce travail : Messieurs Abdelhamid EL MOUSADIK, Professeur à la Faculté des Sciences d'Agadir, Hassan LATRACHE, Professeur à la Faculté des Sciences et Techniques de Beni Mellal et Mohamed ELHASSOUNI, Professeur à la Faculté des Sciences Dhar El Mehras de Fès d'avoir accepté le rôle de rapporteurs. Monsieur Abdelatif BOUKIR, Professeur à la Faculté des Sciences et Techniques de Fès et Madame Soumya EL ABED, Professeure à la Faculté des Sciences et Techniques de Fès d'avoir accepté de faire partie du jury et d'avoir parfaitement remplis leur fonction d'examineur.

Mes remerciements les plus respectueux vont aussi à Madame Sanae GUISSI, Professeure à la Faculté des Sciences et Techniques de Fès qui m'a fait l'honneur de présider mon jury de thèse.

Je tiens à remercier tout particulièrement et à témoigner toute ma reconnaissance aux personnes suivantes :

Professeur Moulay Sadiki, qui fut le premier à me faire découvrir le sujet de ma thèse. Merci pour l'intérêt qu'il a toujours porté à mon travail, pour les nombreuses discussions qu'on a pu partager. Merci pour m'avoir initiée dans les différentes manipulations de l'angle de contact.

Docteur Mounyr BALOUIRI, qui m'a apporté une grande aide lors de la rédaction de mon mémoire de thèse. Merci pour les heures qu'il m'a consacré pour le traitement des plans d'expériences.

Mes remerciements vont également à tous le corps enseignant de la Faculté des Sciences et Techniques de Fès et de la Faculté des Sciences de Fès avec qui j'ai passé ces six années de thèse. Je pense notamment à Madame la Professeure Naima GHACHTOULI, Madame Kaoutar BEN BRAHIM, Madame Sanae GUISSI, Madame Khadija BAKHTI, Madame Wifak BAHAFID, Madame Laila MANNI et Messieurs les Professeurs Mohamed HOUSSAINI IRAQUI, Abdelatif HAGGOUR, Omar EL FARRICHA, Abdellatif BOUKIR, El Houssaine HARKI et Anouar ALAMI.

Je souhaite remercier tous les doctorants du LBM2M et LIMOME avec qui j'ai partagé ces années de recherche dans un cadre particulièrement agréable. Je pense à Asmae Nakkabi, Asmae HOUTI, Marwa CHRAIBI, Oumayma EL-AMIN, Meryeme ASRI, Aziza KOUCHOU, Sara LEBRAZI, Asmae MISBAH, Douae OU-YAHIA, Ikrame ZEOUK, Mouna AOUINE, Amal EL AABEDY, Safae ERRAOUAN, Imane LAKKAB, Najlae HAMDI, Sara BOUHAZMA, Hassan BARKAI, Alae EL ABED, Yasser LEKBACH, Nabil TIRRY, Hamza ETTADILI, Brahim BENBRIK, Atipo FERNAND et Smaiel HERRADI. Merci à vous tous pour votre bonne humeur.

Enfin, ce travail n'aurait pu être mené à bien sans le soutien indéfectible de ma famille. Un grand merci à VOUS.

Liste des figures

Figure 1 : Exemples de l'utilisation du bois de cèdre dans les monuments historiques.	5
Figure 2 : Composition chimique du bois de cèdre de l'Atlas (Quiquandon, 1976).	6
Figure 3 : Structure moléculaire de la cellulose.	7
Figure 4 : Liaisons hydrogènes entre deux macromolécules de cellulose (Navi and Heger, 2005).	7
Figure 5 : Régions cristallines et amorphes des microfibrilles de cellulose.	8
Figure 6 : (a) Organisation des hémicelluloses dans une fibre de bois. (b) Section longitudinale de l'association des hémicelluloses avec les deux substances macromoléculaires du bois.	8
Figure 7 : Porte dégradée de bois de cèdre à la bibliothèque de l'Université Al Quaraouiyine de Fès.	10
Figure 8 : Etapes de la formation d'un biofilm.	21
Figure 9 : Plante de <i>Mentha pulegium</i> . L.	44
Figure 10 : Arbrisseau du <i>Rosmarinus officinalis</i> L.	45
Figure 11 : Arbre de <i>Cedrus atlantica</i> L.	45
Figure 12 : Arbre de <i>Cananga odorata</i> L.	46
Figure 13 : Tensions superficielles et angle de contact d'une goutte de liquide déposée sur un support solide, représentation du modèle de Young.	56
Figure 14 : Photo du goniomètre GBX Digidrop (France).	57
Figure 15 : Plan de mélange centré augmenté.	61
Figure 16 : L'énergie de surface de cinq variétés de bois après traitement avec l'huile de <i>M. pulegium</i> , <i>R. officinalis</i> et <i>C. odorata</i>	86
Figure 17 : Corrélation positive entre l'énergie libre d'interaction acide-base de Lewis ΔG_{AB} et l'énergie libre totale de l'adhésion ΔG_{TOT} des souches fongiques sur le bois de cèdre traité avec les différentes huiles végétales.	93
Figure 18 : Corrélation positive entre l'énergie libre d'interaction acide-base de Lewis ΔG_{AB} et l'énergie libre totale de l'adhésion ΔG_{TOT} des souches fongiques sur le bois de cèdre traité avec les différentes huiles essentielles.	95
Figure 19 : Clichés microscopiques de <i>P. commune</i> (PDLd ⁷) à la surface du bois de cèdre traité avec les huiles végétales (A)bois non traité,(B)bois traité avec HT,(C)bois traité avec HCz,(D)bois traité avec HL,(E)bois traité avec HO,(F)bois traité avec HA($\times 1000$).	99
Figure 20 : Clichés microscopiques de <i>P. commune</i> (PDLd ¹⁰) à la surface du bois de cèdre traité avec les huiles végétales (A)bois non traité,(B)bois traité avec HT,(C)bois traité avec HCz,(D)bois traité avec HL,(E)bois traité avec HO,(F)bois traité avec HA($\times 1000$).	100
Figure 21 : Clichés microscopiques de <i>P. crustosum</i> à la surface du bois de cèdre traité avec les huiles végétales (A) bois non traité, (B) bois traité avec HT, (C) bois traité avec HCz, (D) bois traité avec HL, (E) bois traité avec HO ($\times 1000$).	101
Figure 22 : Clichés microscopiques de <i>T. hyalocarpa</i> à la surface du bois de cèdre traité avec les huiles végétales (A)bois non traité, (B)bois traité avec HT, (C)bois traité avec HCz, (D)bois traité avec HL, (E)bois traité avec HO, (F)bois traité avec HA($\times 1000$).	102

Figure 23 : Clichés microscopiques d' <i>A. niger</i> à la surface du bois de cèdre traité avec les huiles végétales (A)bois non traité, (B)bois traité avec HT, (C)bois traité avec HCz, (D)bois traité avec HL, (E)bois traité avec HO, (F)bois traité avec HA(×1000).	103
Figure 24 : Clichés microscopiques de <i>P. commune</i> (PDLd ^{''}) à la surface du bois de cèdre traité avec les huiles essentielles (A)bois non traité,(B)bois traité avec HM, (C)bois traité avec HR, (D)bois traité avec HC,(E)bois traité avec HCO(×1000).	106
Figure 25 : Clichés microscopiques de <i>P. commune</i> (PDLd10) à la surface du bois de cèdre traité avec les huiles essentielles (A)bois non traité, (B)bois traité avec HM, (C)bois traité avec HR, (D)bois traité avec HC, (E)bois traité avec HCO (×1000).	107
Figure 26 : Clichés microscopiques de <i>P. crustosum</i> à la surface du bois de cèdre traité avec les huiles essentielles (A)bois non traité, (B)bois traité avec HM, (C)bois traité avec HR, (D)bois traité avec HC, (E)bois traité avec HCO (×1000).	108
Figure 27 : Clichés microscopiques de <i>T. hyalocarpa</i> à la surface du bois de cèdre traité avec les huiles essentielles (A)bois non traité, (B)bois traité avec HM, (C)bois traité avec HR, (D)bois traité avec HC, (E)bois traité avec HCO (×1000).	109
Figure 28 : Clichés microscopiques d' <i>A. niger</i> à la surface du bois de cèdre traité avec les huiles essentielles (A)bois non traité, (B)bois traité avec HM, (C)bois traité avec HR, (D)bois traité avec HC, (E)bois traité avec HCO (×1000).	110
Figure 29 : Les régions optimales de l'énergie libre d'interaction et du caractère donneur d'électrons du mélange 13 ainsi que son point optimum.	117
Figure 30 : Clichés microscopiques des spores de <i>P. commune</i> (PDLd ^{''}) à la surface du bois de cèdre traité avec les différents mélanges (A) bois traité avec le mélange 9, (B) bois traité avec le mélange 11, (C) bois traité avec le mélange 13 (× 1000).	122
Figure 31 : Clichés microscopiques des spores de <i>P. commune</i> (PDLd10) à la surface du bois de cèdre traité avec les différents mélanges (A) bois traité avec le mélange 9, (B) bois traité avec le mélange 11, (C) bois traité avec le mélange 13 (× 1000).	123
Figure 32 : Clichés microscopiques des spores de <i>P. crustosum</i> à la surface du bois de cèdre traité avec les différents mélanges (A) bois traité avec le mélange 9, (B) bois traité avec le mélange 11, (C) bois traité avec le mélange 13 (× 1000).	124
Figure 33 : Clichés microscopiques des spores de <i>T. hyalocarpa</i> à la surface du bois de cèdre traité avec les différents mélanges (A) bois traité avec le mélange 9, (B) bois traité avec le mélange 11, (C) bois traité avec le mélange 13 (×1000).	125
Figure 34 : Clichés microscopiques des spores d' <i>A. niger</i> à la surface du bois de cèdre traité avec les différentes mélanges (A) bois traité avec le mélange 9, (B) bois traité avec le mélange 11, (C) bois traité avec le mélange 13 (×1000).	126

Liste des tableaux

Tableau 1 : Répartition des constituants du bois (Stevanovic and Perrin, 2009).....	6
Tableau 2 : Les produits naturels et les champignons utilisés par les différents chercheurs du laboratoire de Biotechnologie Microbienne et Molécules Bioactives pour réaliser les tests d'activités antimicrobiennes.	34
Tableau 3 : Synthèse des résultats obtenus des travaux de préservation du bois de cèdre réalisés au sein du laboratoire de Biotechnologie Microbienne et Molécules Bioactives.....	37
Tableau 4 : Synthèse des activités antimicrobiennes étudiées des huiles essentielles utilisées.	41
Tableau 5 : Composition chimique des différentes huiles végétales.....	42
Tableau 6: Caractéristiques énergétiques des liquides utilisés pour la mesure des angles de contact.....	56
Tableau 7 : Les constituants des quinze mélanges étudiés.	61
Tableau 8 : Matrice d'expériences pour les mélanges étudiés.....	63
Tableau 9 : Composition chimique des quatre huiles essentielles déterminée par CG-SM.	69
Tableau 10 : Screening antibactérien des huiles de <i>M. pulegium</i> , <i>R. officinalis</i> , <i>C. atlantica</i> et <i>C. odorata</i> vis-à-vis de <i>B. safensis</i> et <i>B. subtilis</i>	71
Tableau 11 : Concentrations minimales inhibitrices (CMI) en % (v/v) des huiles essentielles de <i>M. pulegium</i> , <i>R. officinalis</i> , <i>C. atlantica</i> et <i>C. odorata</i> vis-à-vis des bactéries étudiées.	72
Tableau 12 : Concentrations minimales bactéricides (CMB) des huiles essentielles de <i>M. pulegium</i> , <i>R. officinalis</i> , <i>C. atlantica</i> et <i>C. odorata</i> vis-à-vis des bactéries étudiées.	72
Tableau 13 : Screening antifongique des huiles de <i>M. pulegium</i> , <i>R. officinalis</i> , <i>C. atlantica</i> et <i>C. odorata</i> vis-à-vis des champignons étudiés.....	75
Tableau 14 : Concentrations minimales inhibitrices (CMI) des huiles de <i>M. pulegium</i> , <i>R. officinalis</i> , <i>C. atlantica</i> et <i>C. odorata</i> vis-à-vis des champignons étudiés.	76
Tableau 15 : Concentrations minimales fongicides (CMF) des huiles essentielles de <i>M. pulegium</i> , <i>R. officinalis</i> , <i>C. atlantica</i> et <i>C. odorata</i> vis-à-vis des champignons étudiés.	77
Tableau 16 : Angles de contact, énergie de surface et ses composantes initiales de différentes variétés de bois.	79
Tableau 17 : Angles de contact, énergie de surface et ses composantes du bois de cèdre après traitement direct avec différentes huiles végétales.....	81
Tableau 18 : Angles de contact, énergie de surface et ses composantes du bois de cèdre après traitement direct avec l'acide oléique et linoléique.....	83
Tableau 19 : Angles de contact, énergie de surface et ses composantes du bois de cèdre après traitement direct avec différentes huiles essentielles.....	84
Tableau 20 : Angles de contact, énergie de surface et ses composantes de cinq variétés de bois après traitement direct avec différentes huiles essentielles.	87
Tableau 21 : Angles de contact, énergie de surface et ses composantes du bois de cèdre après traitement par la vapeur des HE.	89
Tableau 22 : Angles de contact, énergie de surface et ses composantes des souches fongiques étudiées.	90

Tableau 23 : Energies libres d'interaction de Lifshitz–Van der Waals, acide–base de Lewis et l'énergie libre totale de l'adhésion des souches fongiques sur le bois de cèdre traité et non traité avec les différentes huiles végétales (en mJ/m^2).	91
Tableau 24 : Energies libres d'interaction de Lifshitz–Van der Waals, acide–base de Lewis et l'énergie libre totale de l'adhésion des souches fongiques sur le bois de cèdre traité et non traité avec les différentes huiles essentielles (en mJ/m^2).	94
Tableau 25 : Pourcentage de spores adhérees à la surface du bois avant et après traitement avec les différentes huiles végétales.	98
Tableau 26 : Pourcentage de spores adhérees à la surface du bois avant et après traitement avec les différentes huiles essentielles.	105
Tableau 27 : Modèles prédictifs de l'hydrophobicité quantitative pour les mélanges d'huiles étudiés.	112
Tableau 28 : Modèles prédictifs du caractère donneur d'électrons pour les mélanges d'huiles étudiés.	114
Tableau 29 : Optimisation des mélanges et validation expérimentale des points optimums.	119
Tableau 30 : Pourcentage de spores adhérees à la surface du bois de cèdre avant et après traitement avec les différents mélanges.	121

Liste des abréviations

ACA : Arséniate de cuivre ammoniacal

ADN : Acide désoxyribonucléique

AFM : Atomic Force Microscopy

AFS : Spectroscopie de force atomique

ANOVA : Analyse de la variance

ATR-IR : Attenuated Total Reflectance-Infrared

AZCA : Arséniate de cuivre et de zinc ammoniacal

BMIMCl : Chlorure de 1-butyl-3-methylimidazolium

BMIMFeCl₄ : Chlorure de 1-butyl-3-methylimidazolium tétrachloroferrate

CCA : Cuivre/Chrome/Arsenic

CCB : Cuivre/Chrome/Bore

CG-SM : chromatographie en phase gazeuse-spectrométrie de masse

CLSM : Confocal Laser Scanning Microscopy

CMB : Concentration minimale bactéricide

CMF : Concentration minimale fongicide

CMI : Concentration minimale inhibitrice

DLVO : Derjaguin, Landau, Verveij et Overbeek

DMDHEU : 1,3-Diméthylol-4,5-dihydroxyéthylèneurée

DMSO : Diméthylsulfoxyde

EM : Extrait de malt

ESEM : Environmental Scanning Electron Microscopy

HA : Huile d'Argan

HC : Huile de Cèdre

HCO : Huile de Cananga odorata

HCz : Huile de Colza

HE : Huile Essentielle

HL : Huile de Lin

HM : Huile de Menthe

HO : Huile d'Olive

HR : Huile de Romarin

HT : Huile de Tournesol
IR : Indices de rétention
KNO₃ : Nitrate de potassium
LB : Luria-Bertani
MF : Mélamine/Formaldéhyde
MH : Mueller Hinton
MMA : Méthacrylate de méthyle
MS : Spectrométrie de masse
N₂ : Azote
NaCl : Chlorure de sodium
NEXAFS : Near Edge X-Ray Absorption Fine Structure
NIST : National Institute of Standards and Technology
NMR : Nuclear Magnetic Resonance
OHT : Oil Heat Treatment
PAM : Plantes aromatiques et médicinales
PAS : Photoacoustic Spectroscopy
PCP : Pentachlorophénol
PF : Phénol/Formaldéhyde
pH : Potentiel hydrogène
PPAM : Plantes à parfums aromatiques et médicinales
SD : Standard déviations
SEM : Scanning Electron Microscopy
SPE : Substances polymériques extracellulaires
SPM : Scanning Probe Microscopy
STM : Scanning Tunnel Microscopy
STXM : Scanning Transmission X-ray Microscopy
TOF SIMS : Time-Of-Flight Secondary Ion Mass Spectrometry
UF : Urée/Formaldéhyde
UNESCO : United Nations Educational, Scientific and Cultural Organization
XDLVO : Derjaguin, Landau, Verveij et Overbeek étendue
XPS : Spectroscopie de Photoélectrons induits par rayons X

Résumé

Le bois de cèdre est considéré comme un des noyaux de l'identité culturelle Marocaine à travers différents édifices uniques constituant le patrimoine historique de ce pays. Cependant, ces ressources culturelles et patrimoniales sont aujourd'hui confrontées à des défis majeurs liés à l'adhésion des microorganismes à leurs surfaces et la formation des biofilms beaucoup plus résistants entraînant ainsi la destruction et la perte de leur aspect historique. De ce fait, le but de ces travaux de thèse était de participer à l'entretien préventif de ces ressources par le développement d'un mélange d'huiles végétales et essentielles capable d'agir au stade embryonnaire de la formation des biofilms afin d'empêcher son développement à la surface du bois de cèdre.

Une caractérisation chimique des quatre huiles essentielles étudiées (*Mentha pulegium*, *Rosmarinus officinalis*, *Cedrus atlantica* et *Cananga odorata*) ainsi que leurs activités antimicrobiennes contre des bactéries et des champignons causant une pourriture du bois de cèdre ont été déterminées. Les résultats montrent que les quatre huiles essentielles présentent une activité antimicrobienne variable contre l'ensemble des souches utilisées avec une activité antimicrobienne et antifongique remarquable pour l'huile de *M. pulegium*.

Par la suite, une étude sur l'influence des huiles végétales et des huiles essentielles sur la physicochimie de la surface du bois ainsi que leur effet sur l'adhésion des souches fongiques étudiées a été réalisée. Les résultats ont révélé une modification des propriétés physicochimiques du bois. En effet, les huiles végétales ont gardé le caractère hydrophobe du bois de cèdre avec une légère augmentation du caractère donneur d'électrons. Les huiles essentielles quant à elles ont rendu la surface du bois hydrophile avec une augmentation considérable du caractère donneur d'électrons à l'exception de l'huile de *R. officinalis* et de *C. atlantica*. De plus, les huiles végétales et essentielles ont toutes les deux montré une activité antiadhésive. Cependant, les huiles essentielles ont, généralement, un meilleur effet que les huiles végétales.

Enfin, une étude sur l'effet de quelques mélanges d'huiles végétales et essentielles sur les propriétés de surface du bois de cèdre et leur effet sur le comportement adhésif des souches fongiques a été effectuée. Les huiles utilisées sont celles ayant montré un effet antiadhésif contre les souches fongiques. Cette étude a été achevée par le développement d'une bioformulation qui a fait l'objet d'un brevet. Ladite formulation écologique maintient le caractère hydrophobe du bois et lui confère un caractère donneur d'électrons considérable tout en exerçant un pouvoir à la fois répulsif et antiadhésif contre les champignons responsables de la biodégradation du bois de cèdre.

Mots clés : Adhésion, Champignons, Biodégradation, Bois de cèdre, Huiles essentielles, Huiles végétales, Bio-formulation.

Abstract

Cedar wood refers to Moroccan cultural identity through its use for building the most deeply rooted monuments in the history of Morocco that form the heritage of this country. However, these cultural and historical resources are confronted to persistence problems due to the growth of various wood degrading biological organisms that adhere to cedar wood surface and form biofilms thus resulting a degradation of the historical monuments and therefore a loss of cultural heritage. The aim of this study was to contribute on the cultural heritage preservation by developing a mixture of vegetable and essential oils able to act on the most important step in the biofilm formation process to prevent its development on the surface of cedar wood.

Chemical composition of the four essential oils (*Mentha pulegium*, *Rosmarinus officinalis*, *Cedrus atlantica* and *Cananga odorata*) tested and their antimicrobial activity against bacteria and fungi associated with deterioration of historical wood were determined. Results show that the four essential oils possess a different antimicrobial activity against bacterial and fungal strains studied with a strong antibacterial and antifungal activity for *M. pulegium* essential oil.

The effect of vegetable and essential oils on the cedar wood physicochemical properties and their anti-adhesive activity against fungal associated with its deterioration was investigated. The results show clearly the modification of the physicochemical characteristics of cedar wood after treatment with vegetable and essential oils. Indeed, the treatment with vegetable oils has kept the hydrophobic property of wood with a slight increase of the electron donor character. The treatment with essential oils has decreased the hydrophobic property of wood with an important increase of the electron donor character except for *R. officinalis* and *C. atlantica* essential oils. In addition, vegetable and essential oils have shown an anti-adhesive activity against all fungal strains. However, in all, essential oils have a better influence on the adhesion of fungal strains than vegetable oils.

Finally, the effect of various mixtures of vegetable and essential oils on the cedar wood surface properties and the adhesive behavior of fungal strains were investigated. Only oils that presented a good anti-adhesive activity were used in the mixtures. This study ended with the development of a bio-formulation "mixture" which was the subject of a patent. This formulation has kept the hydrophobic character of cedar wood and considerably increased its electrons donor character. It also presented an important anti-adhesive activity against all fungal strains associated with deterioration of cedar wood.

Keywords: Adhesion, Fungi, Biodegradation, Cedar wood, Essential oils, Vegetable oils, Bio-formulation.

ملخص

يمثل خشب الأرز جوهر الهوية الثقافية المغربية لاستعماله في تشييد العديد من المعالم التراثية بالمغرب، إلا أن هذه المعالم الحضارية تواجه اليوم مجموعة من التحديات المتجلية في التصاق كائنات دقيقة على سطحها وتكوين مستعمرات جرثومية أكثر مقاومة تسمى الغشاء الحيوي (البيو فيلم) تسبب في تدهورها وتعرض ذلك هذا الكنز الوطني للاندثار. في هذا الصدد، هدفنا الرئيسي من هذا البحث كان هو المساهمة في الحفاظ على هذه المعالم الثقافية وذلك بتطوير مزيج إيكولوجي مكون من زيوت أساسية وزيوت نباتية طبيعية يمنع التصاق الفطريات بالخصوص وبالتالي يمنع تكون غشاء حيوي على سطح خشب الأرز.

بداية، قمنا بتحديد المكونات الرئيسية للزيوت الأساسية الأربعة المستعملة في هذا البحث ودراسة نشاطها المضاد للميكروبات اتجاه سلالات جرثومية مسؤولة عن إتلاف خشب الأرز. أظهرت الزيوت الأساسية فعالية متباينة ضد السلالات الجرثومية المدروسة مع تسجيل فعالية عالية لزيوت فليو.

قمنا كذلك من خلال هذه الدراسة بتقييم تأثير الزيوت الأساسية والزيوت النباتية على الخصائص الفيزيوكيميائية لخشب الأرز وكذا على خاصية التصاق الفطريات المدروسة. بينت النتائج المحصلة تغير ملحوظ في الخصائص الفيزيوكيميائية لسطح الخشب بعد معالجته بالزيوت الأساسية والزيوت النباتية كل واحدة على حدة. أدت جل الزيوت النباتية إلى الحفاظ على خاصية كره الماء لخشب الأرز مع ارتفاع بسيط في خاصية منح الإلكترونات، أما الزيوت الأساسية فقد أدت إلى انخفاض في خاصية كره الماء مرفوق بارتفاع ملموس في خاصية منح الإلكترونات باستثناء زيت إكليل الجبل وزيت خشب الأرز. أوضحت النتائج أيضا توفر كل من الزيوت الأساسية والزيوت النباتية على نشاط مضاد لالتصاق الفطريات المدروسة على سطح خشب الأرز مع تسجيل فعالية عالية للزيوت الأساسية مقارنة مع الزيوت النباتية.

في الأخير، تمت دراسة تأثير مجموعة من أمزجة الزيوت الأساسية والزيوت النباتية على الخصائص الفيزيوكيميائية لسطح خشب الأرز وكذا على خاصية التصاق الفطريات المسؤولة عن إتلاف خشب الأرز. الزيوت الأساسية والنباتية التي تم استعمالها هي زيوت أبانت على نشاط مضاد لالتصاق الفطريات مهم وذلك بناء على النتائج المحصل سابقا. من خلال هذه الدراسة، تم التوصل إلى صياغة مزيج إيكولوجي مكون من زيوت عطرية وأخرى نباتية يحافظ على خاصية كره الماء لخشب الأرز ويرفع بدرجة عالية خاصية منح الإلكترونات في نفس الوقت. هذا المزيج الإيكولوجي يمنع التصاق الفطريات المدروسة بشكل ملحوظ وبالتالي فهو يساهم في الحفاظ على معالمنا الثقافية.

الكلمات المفتاحية: التصاق، فطريات، تدهور، خشب الأرز، زيوت أساسية، زيوت نباتية، مزيج إيكولوجي.

Table des matières

Introduction générale	1
Première partie : Revue bibliographique	4
I. Place du bois de cèdre dans le patrimoine culturel du Maroc : importance historique et artistique	5
1. Valeur historique du bois de cèdre	5
II. Préservation du bois de cèdre : défis et enjeux	6
1. Composition chimique du bois.....	6
1.1. Substances macromoléculaires	7
1.2. Substances de faible poids moléculaire	9
2. Biodétérioration du bois.....	10
2.1. Agents responsables	10
3. Préservation du bois vis-à-vis sa biodétérioration	13
3.1. Les produits de préservation classiques.....	14
3.2. Le contexte réglementaire	14
3.3. Les traitements thermiques du bois	15
3.4. Les traitements par plasma	16
3.5. Les modifications chimiques.....	17
III. Enjeux majeurs : Adhésion et formation des biofilms microbiens	19
1. Biofilms.....	19
1.1. Définition.....	19
1.2. Les étapes de la formation d'un biofilm.....	20
2. L'adhésion des microorganismes sur les surfaces solides	21
2.1. Approche thermodynamique	21
2.2. Approche DLVO	23
2.3. Théorie DLVO étendue (XDLVO)	25
3. Facteurs influençant l'adhésion microbienne	26
3.1. Influence des propriétés microbiennes.....	26
3.2. Influence des caractéristiques de la surface du matériau.....	27
3.3. Influence des conditions environnementales.....	29
4. Techniques appliquées à l'étude de l'adhésion bactérienne et la caractérisation des biofilms	30
IV. Lutte contre les biofilms causant la biodégradation du bois de cèdre.....	33
V. Place des molécules bioactives dans la lutte contre les biofilms	38
1. Les huiles essentielles	38
2. Les huiles végétales	41
VI. Choix dans le cadre de la thèse	42
1. Le bois.....	42
2. Les plantes étudiées	43
2.1. <i>Mentha pulegium</i> L.	44
2.2. <i>Rosmarinus officinalis</i> L.	44
2.3. <i>Cedrus atlantica</i> L.	45

2.4. <i>Cananga odorata</i> L.....	46
3. Les souches	47
<i>Deuxième partie : Matériel et méthodes</i>	48
<i>I. Huiles essentielles et végétales étudiées</i>	49
1. Huiles végétales	49
2. Huiles essentielles	49
2.1. Plantes aromatiques	49
2.2. Extraction des huiles essentielles	50
2.3. Caractérisation chimique des huiles essentielles.....	50
2.4. Etude de l'activité antimicrobienne.....	51
<i>II. Caractérisation physicochimique des surfaces</i>	53
1. Caractérisation physicochimique du bois.....	53
1.1. Préparation et prétraitements des échantillons du bois.....	53
1.2. Traitement de surface du bois par des huiles végétales, des huiles essentielles et des acides gras	54
1.3. Angle de contact	55
2. Caractérisation physicochimique de la surface des souches fongiques.....	58
2.1. Préparation des films de spores fongiques	58
<i>III. Effet du traitement de la surface de bois par les huiles étudiées sur l'adhésion théorique et expérimentale des souches fongiques</i>	58
1. Effet des huiles sur l'adhésion théorique des spores fongiques.....	58
2. Effet des huiles sur l'adhésion expérimentale des spores fongiques	59
2.1. Spores fongiques et condition de culture	59
2.2. Test d'adhésion.....	59
2.3. Observation et quantification de l'adhésion	59
<i>IV. Conception d'une formulation écologique pour protéger le bois de cèdre et empêcher la formation des biofilms</i>	60
1. Introduction.....	60
2. Plan de mélange	60
2.1. Plan choisi.....	60
2.2. Les huiles végétales et essentielles : Facteurs	61
2.3. Préparation des mélanges.....	62
2.4. Définition des réponses	62
2.5. Matrice d'expériences.....	62
2.6. Traitement du bois et acquisition des réponses.....	63
2.7. Définition du modèle mathématique.....	63
2.8. Optimisation des mélanges : désirabilité	64
<i>Troisième partie : Résultats et discussion</i>	65
<i>I. Composition chimique des huiles essentielles</i>	66
<i>II. Activité antimicrobienne</i>	71
1. Screening antibactérien	71
2. Concentrations minimales inhibitrices et bactéricides des huiles essentielles.....	71
3. Screening antifongique	75
4. Détermination de la concentration minimale inhibitrice et fongicide	76

III. Caractérisation physicochimique des surfaces	79
1. Caractérisation physicochimique du bois.....	79
1.1. Caractérisation physicochimique initiale du bois	79
2. Effet des huiles étudiées sur les propriétés physicochimiques du bois	80
2.1. Les huiles végétales	80
2.2. Les huiles essentielles	83
3. Caractérisation physicochimique des souches fongiques.....	89
IV. Effet du traitement de la surface de bois par les huiles étudiées sur l'adhésion théorique et expérimentale des spores fongiques	90
1. Effet des huiles sur l'adhésion théorique des spores fongiques.....	90
1.1. Les huiles végétales	90
1.2. Les huiles essentielles	94
2. Effet des huiles sur l'adhésion expérimentale des spores fongiques	96
2.1. Les huiles végétales	96
2.2. Les huiles essentielles	104
V. Conception d'une formulation écologique pour protéger le bois de cèdre et empêcher la formation des biofilms	111
1. Caractérisation physico-chimique de la surface du bois de cèdre après traitement avec les différents mélanges et détermination des modèles mathématiques	111
2. Optimisation des mélanges	116
3. Validation expérimentale des points optimaux	117
4. L'effet antiadhésif des mélanges validés	119
Conclusion générale	127
Références bibliographiques.....	131
Annexes	151

Introduction générale

Le bois de cèdre est l'un des matériaux de construction les plus anciens du Maroc. Ce bois, de première qualité, a libéré l'esprit de créativité chez les marocains depuis la plus haute antiquité et a contribué à façonner l'identité de ce pays. Il a été utilisé depuis la dynastie Idrisside pour la charpente et la menuiserie extérieure et intérieure. Les monuments historiques présents dans les grandes villes du Maroc en témoignent tels que les mosquées (mosquée Al Quaraouiyine de la ville de Fès et mosquée Hassan à Rabat), les Medersas (Medersa Seffarine à Fès) et les palais (Palais El Badi à Marrakech). Leurs portes, plafonds sculptés, panneaux muraux et leurs chaires à prêcher (Minbare) ont été faits avec le bois de cèdre. Ce dernier est considéré comme le bois le plus précieux et comme une richesse nationale pour les marocains.

Le bois de cèdre possède diverses qualités technologiques qui en font un bois apprécié et utilisé pour la construction. C'est un bois qui est résistant mécaniquement, flexible, facile à usiner mais aussi un bon isolant thermique. Pourtant, le bois de cèdre reste un matériau particulièrement sensible à son environnement. Ainsi, les conditions humides créent un environnement très propice à la croissance de divers agents de dégradation tels que les champignons, les bactéries et les insectes. Ces derniers, et dans le but d'échapper des conditions environnementales défavorables, vivent souvent en communautés agrégées à la surface du bois de cèdre, formant ainsi un biofilm ; ils adhèrent à la surface et se nourrissent des polymères complexes constituant le bois. L'adhésion de ces agents de dégradation et la formation des biofilms à la surface du bois de cèdre entraînent un endommagement et une détérioration du bois et met en jeu nos ressources culturelles et patrimoniales et par conséquent notre identité.

Différentes techniques dites « préventives » ont été utilisées pour protéger le bois contre les attaques biologiques extérieures en empêchant l'adhésion des microorganismes et par la suite l'installation des biofilms. L'histoire des méthodes de traitement du bois a évolué au fil des années. Le traitement du bois se faisait en premier temps via des produits chimiques toxiques dits « biocides » jusqu'à l'apparition d'une nouvelle directive en 1998 respectueuse pour l'homme et l'environnement interdisant ou limitant l'utilisation de ces produits uniquement pour quelques usages. Face à cette pression environnementale et réglementaire, des méthodes

INTRODUCTION GÉNÉRALE

de traitement propres et écologiques dites « non biocides » ont vu le jour. Il s'agit des méthodes physiques et chimiques visant à modifier la structure du bois. Plus récemment, les recherches sur les méthodes de protection du bois se sont orientées vers des traitements plus écologiques en utilisant des produits naturels comme les huiles essentielles et les extraits de plantes naturelles. Ainsi, l'objectif de ces travaux de thèse était de développer un produit naturel de haute qualité environnementale à base d'huiles essentielles et d'huiles végétales dont le but principal est de préserver notre richesse patrimoniale et culturelle et la garder en vie. Conserver notre patrimoine est donc une mission délicate dont un groupe d'acteurs pluridisciplinaire ont contribué. L'aboutissement à un produit final de préservation du bois de cèdre a nécessité plusieurs études dont :

- Une caractérisation chimique des huiles essentielles et étude de leur activité antibactérienne et antifongique contre les bactéries et les champignons responsables de la pourriture du bois de cèdre ;
- Une caractérisation physicochimique initiale des surfaces de bois et des souches fongiques responsables de la pourriture du bois de cèdre ;
- Une caractérisation physicochimique de la surface de bois après traitement avec les différentes huiles végétales et essentielles étudiées ;
- Une étude de l'effet du traitement de la surface de bois par les huiles étudiées sur l'adhésion théorique et expérimentale des spores fongiques ;
- Une caractérisation physicochimique de la surface du bois de cèdre après traitement avec différents mélanges d'huiles essentielles et végétales ;
- Et, une évaluation du comportement adhésif des spores fongiques après traitement du bois de cèdre avec ces différents mélanges.

Ce rapport de thèse est organisé en trois parties. La première partie de ce mémoire est dédié à une synthèse bibliographique qui donne un aperçu sur la place du bois de cèdre dans le patrimoine culturel du Maroc. Cette partie présente des données générales sur les différents agents de détérioration du bois ainsi que les méthodes de préservation utilisées, puis donne une explication approfondie du phénomène de l'adhésion et la formation des biofilms microbiens, par la suite, dresse un état de l'art sur la lutte contre les biofilms causant la dégradation du bois de cèdre et finalement, expose la place des molécules bioactives dans la lutte contre les biofilms.

INTRODUCTION GÉNÉRALE

La deuxième partie est consacrée à la description du matériel et des méthodes expérimentales ayant servi pour la réalisation de cette étude notamment pour la caractérisation des huiles et l'étude de leurs effets antimicrobiens, antiadhésifs ainsi que leur effet sur les propriétés physicochimiques du bois. Le matériel et les méthodes analytiques pour la caractérisation des surfaces et de l'écosystème microbien attachés au bois ont également été rapportés dans cette partie de thèse.

La troisième partie est réservée aux résultats et discussion. Dans cette partie, nous avons présenté en premier lieu la composition chimique des huiles essentielles ainsi que leurs activités antimicrobiennes. Par la suite, nous avons donné les propriétés physicochimiques initiales du bois et des souches fongiques utilisées. Puis, nous avons rapporté l'effet de chaque huile sur la physicochimie du bois et sur l'adhésion théorique et expérimentale des spores fongiques. Et finalement, nous avons dévoilé la formulation écologique à base d'huiles végétales et essentielles aux propriétés antiadhésives qui aide à protéger le bois de cèdre des champignons causant sa détérioration.

Ce mémoire est clôturé par une conclusion générale, mettant en évidence les principaux résultats obtenus dans ce travail de thèse.

Première partie : Revue bibliographique

I. Place du bois de cèdre dans le patrimoine culturel du Maroc : importance historique et artistique

1. Valeur historique du bois de cèdre

Originaire des montagnes du Rif, du Moyen et du Grand Atlas d'Afrique du Nord, notamment du Maroc et de l'Algérie (Maya et al., 2017; Renau-Morata et al., 2005), *Cedrus atlantica* Manetti est considéré comme une espèce conifère endémique présentant une altitude de 1500 à 2600 m. Il s'agit de la plus importante ressource en bois du Maroc, occupant une superficie de 132 000 hectares et représentant 2,3% de la forêt nationale (Renau-Morata et al., 2005). Réputé pour son bois noble caractérisé par sa bonne stabilité dimensionnelle, sa durabilité, sa longévité et sa résistance aux insectes et aux champignons lignivores, le bois de cèdre a été le principal bois d'œuvre au Maroc. Son utilisation remonte à la dynastie des Idrissides dans la construction et la décoration des mosquées Al Quaraouiyine et al-Andalous de la ville de Fès (Figure 1). Le bois de cèdre a accompagné les dynasties Almoravide, Almohade, Mérinide, Saadienne et Alaouite. Son emploi s'accroît, s'affirme et s'enracine de plus en plus, les éléments de boiserie sculptés ornent des mosquées (mosquée de la Koutoubia à Marrakech et d'Hassan à Rabat), des Medersas (Medersa Ben Youssef à Marrakech et Seffarin à Fès) et des palais comme le palais El Badie à Marrakech via les portes, les plafonds, les panneaux muraux et les chaires à prêcher (minbar) (M'hirit and Benzyane, 2006).

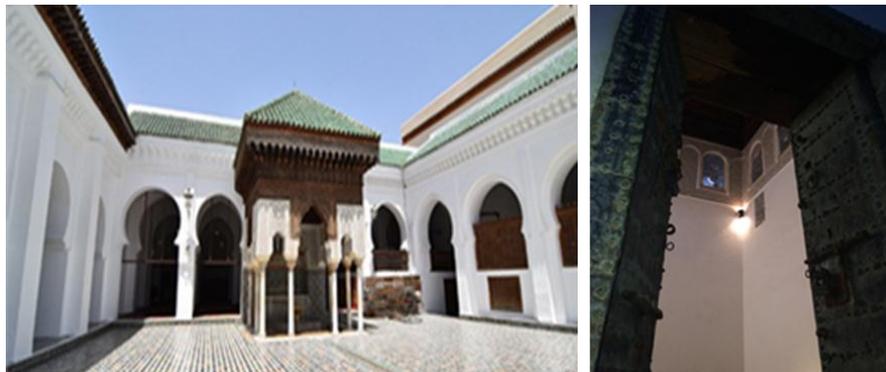


Figure 1 : Exemples de l'utilisation du bois de cèdre dans les monuments historiques.

Le bois de cèdre marque alors notre histoire par sa présence dans les différents monuments historiques des villes impériales du Maroc dont Fès, Marrakech, Rabat, Meknès et Tétouan. Toutefois, ces richesses culturelles et patrimoniales sont aujourd'hui confrontées à des défis majeurs et risque de partir en fumée. Par le biais de ces travaux de recherche, nous essayons

REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

de participer à la valorisation de ces ressources patrimoniales afin d'affirmer notre identité historique et garder un repère culturel face aux mutations socioéconomiques accélérées.

II. Préservation du bois de cèdre : défis et enjeux

1. Composition chimique du bois

Les substances macromoléculaires (cellulose, hémicelluloses et lignine) sont les principaux constituants de ce matériau. Elles représentent en moyenne 95% des composants du bois. Constitutives de la paroi cellulaire, elles sont aussi responsables de certaines propriétés physicochimiques du bois à savoir la durabilité et l'imperméabilité pour la lignine et les propriétés mécaniques pour la cellulose. A ces trois macro-polymères s'ajoute d'autres substances de faible poids moléculaire tels que les extractibles et les substances minérales. Ces derniers sont présents en faibles quantités et sont responsables de quelques propriétés comme la couleur et l'odeur du bois pour les extractibles.

Les proportions de ces différents constituants peuvent varier légèrement selon la nature de l'essence (Fengel and Wegener, 1989) et selon la localisation dans le bois. Le Tableau 1 présente le pourcentage des différents constituants dans le bois résineux et feuillus.

Tableau 1 : Répartition des constituants du bois (Stevanovic and Perrin, 2009).

Constituants	Résineux (%)	Feuillus (%)
Cellulose	42 ± 2	45 ± 2
Hémicellulose	27 ± 2	30 ± 5
Lignine	28 ± 3	20 ± 4
Extractibles	3 ± 2	5 ± 3

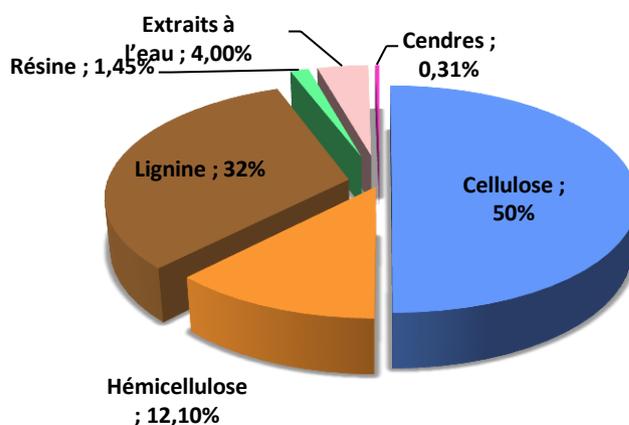


Figure 2 : Composition chimique du bois de cèdre de l'Atlas (Quiquandon, 1976).

REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

1.1. Substances macromoléculaires

1.1.1. Cellulose

Découverte en 1838 par Anselme Payen (O'sullivan, 1997), la cellulose est une des matières organiques les plus abondantes sur terre. Elle constitue l'élément principal du bois sous l'aspect de microfibrilles composées de longues chaînes de cellulose parallèle. L'unité de base de ce macro-polymère est le cellobiose constitué des monomères de β -D-glucopyranose ($C_6H_{10}O_5$) tournés à 180° alternativement et liés par des liaisons β -1,4-glycosidiques (Figure 3).

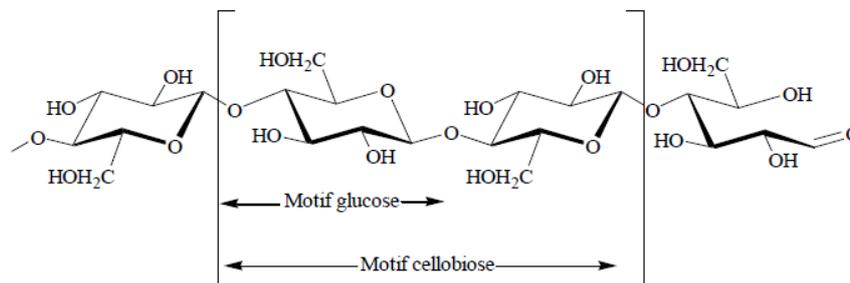


Figure 3 : Structure moléculaire de la cellulose.

Le degré de polymérisation de la cellulose varie selon les essences de bois, il est d'environ 10000. Des liaisons hydrogènes intramoléculaires et intermoléculaires sont ainsi favorisées via les groupements fonctionnels hydroxyles des carbones 2, 3 et 6 d'une unité de glucose entraînant une association entre les chaînes de cellulose et la formation des microfibrilles plus ou moins ordonnées (Figures 4 et 5). On parle d'une partie amorphe sensible aux agressions physiques et chimiques et d'une partie cristalline ordonnée majoritaire conférant à la cellulose une rigidité importante, un caractère infusible et moins soluble dans les solvants.

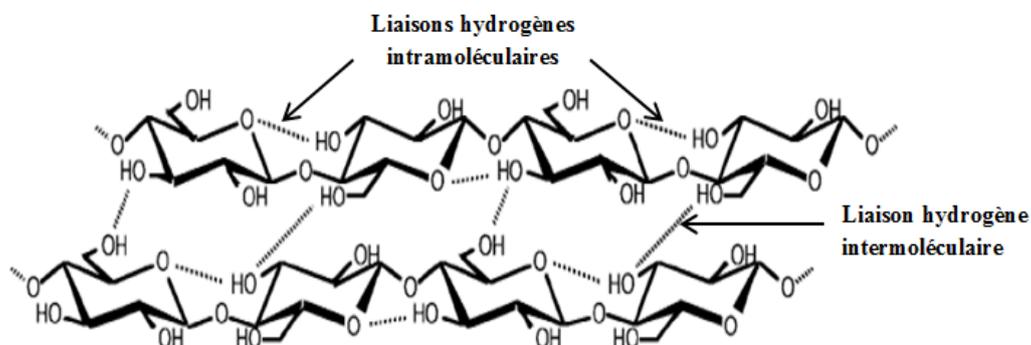


Figure 4 : Liaisons hydrogènes entre deux macromolécules de cellulose (Navi and Heger, 2005).

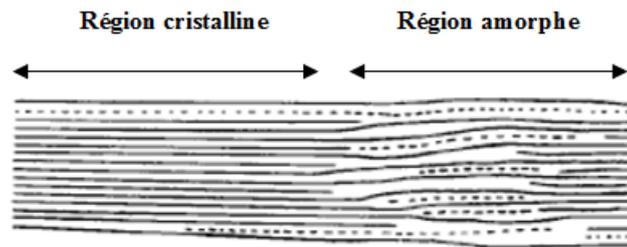


Figure 5 : Régions cristallines et amorphes des microfibrilles de cellulose.

1.1.2. Les hémicelluloses

Les hémicelluloses sont des hétéropolysaccharides non cellulosiques formés à partir de différentes unités osidiques telles que les pentoses, hexoses, déoxyhexoses et les acides hexuroniques (Brodeur et al., 2011; Fengel and Wegener, 1989). Ils sont agrégés aux microfibrilles de cellulose par des liaisons hydrogène et à la lignine par des liaisons covalentes, ils jouent le rôle d'un agent de couplage entre ces deux dernières (Figure 6).

Contrairement à la cellulose, les hémicelluloses sont connues par leur faible degré de polymérisation variant entre 50 et 300 unités, leurs chaînes moléculaires courtes et ramifiées et leur structure amorphe leur attribuant une sensibilité élevée à la dégradation.

Dans le bois et selon sa nature (feuillue ou résineuse), on distingue deux types d'hémicelluloses (Joseleau, 1980) : les glucuronoxylanes et les glucomannanes pour le bois feuillus; les arabinoglucuronoxylanes, les galactoglucomannanes et les arabinogalactanes pour le bois résineux.

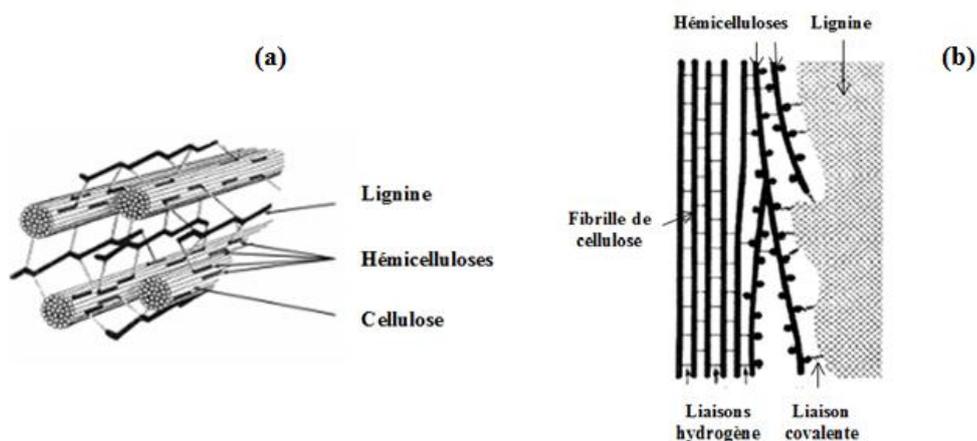


Figure 6 : (a) Organisation des hémicelluloses dans une fibre de bois. (b) Section longitudinale de l'association des hémicelluloses avec les deux substances macromoléculaires du bois.

REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

1.1.3. La lignine

La lignine est un réseau tridimensionnel issu de la polymérisation de trois monolignols dont le squelette de base est un 4-hydroxy phénylpropane. Il s'agit de l'alcool coumarylique, l'alcool coniférylique et l'alcool sinapylique, notés respectivement H, G et S. Ils diffèrent par le nombre de groupements méthoxy (O-CH₃) portés par le cycle aromatique : présence de deux groupements pour l'unité S, un seul pour le G et absence du groupement méthoxy pour le H. Ces trois monolignols sont liés principalement par des liaisons de type éther, mais aussi par des liaisons carbone-carbone plus fortes (Bousmina et al., 1999).

Dans le bois, les monolignols de la lignine diffèrent selon sa nature feuillue ou résineuse. Pour le bois feuillu, la lignine est composée majoritairement d'alcool coniférylique et sinapylique tandis que pour le bois résineux, elle est constituée d'alcool coniférylique (Haluk, 1994). La lignine est connue par sa nature hydrophobe et sa structure amorphe, complexe et non linéaire attribuant une rigidité importante au bois.

1.2. Substances de faible poids moléculaire

1.2.1. Extractibles

Ils représentent un pourcentage allant de 0,5 à 20% des composants du bois. Les extractibles jouent un rôle principal de protection face aux agents de dégradation biologique, ils sont responsables de l'odeur, la couleur, l'éclat du bois ainsi que ses propriétés mécaniques et esthétiques. On distingue trois grandes classes des extractibles :

- Les terpènes et les terpénoïdes ;
- Les composés aliphatiques dont les acides gras saturés et insaturés, les triglycérides, les alcaloïdes, etc.
- Les composés phénoliques regroupant les tannins, les phénols simples, les lignanes, les stilbènes et les flavonoïdes (Fengel and Wegener, 1989; Hillis, 1975; Jodin, 1994).

1.2.2. Substances minérales

Communément appelés « cendres ». Le potassium, le calcium, le magnésium, le phosphore, le fer et le manganèse sont les principales substances minérales du bois, ils représentent moins de 1% des composants du bois et participent à la croissance de l'arbre. On les trouve sous forme oxydées dans les cendres après combustion totale du bois.

REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

2. Biodétérioration du bois

2.1. Agents responsables

Deux grands facteurs sont derrière la détérioration et le vieillissement du bois. On parle des facteurs environnementaux appelés facteurs abiotiques dont la température, l'eau (l'humidité), l'air et la lumière. Ces derniers agissent indépendamment, ou en association avec d'autres facteurs biologiques appelés facteurs biotiques.

Selon (Desch and Dinwoodie, 1996), la dégradation biologique est la plus destructrice des agents de dégradation du bois, elle peut aller jusqu'à l'arrêt de l'utilisation de la pièce du bois endommagé due à l'altération de ses propriétés esthétiques et/ou mécaniques (Dirol and Deglise, 2001). En effet, les champignons, les bactéries et les insectes xylophages entraînent une modification de la composition chimique du bois en dégradant ses principaux constituants pour garantir leur croissance. Dans ce paragraphe, nous allons mettre l'accent sur les divers agents biotiques de biodégradation du bois, en particulier les champignons.



Figure 7 : Porte dégradée de bois de cèdre à la bibliothèque de l'Université Al Quaraouiyine de Fès.

2.1.1. Les insectes xylophages

Appelés aussi « insectes ravageurs », les insectes xylophages sont divisés en quatre grands groupes dont les Coléoptères, les Hyménoptères, les Lépidoptères et les Isoptères «termites». Ils sont considérés comme les ennemis les plus dangereux du bois, les insectes ou plus

REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

particulièrement les larves entraînent des dégâts considérables. Ces derniers utilisent la cellulase, présente dans leur tube digestif, afin de dégrader la cellulose du bois.

On distingue deux catégories d'insectes xylophages en fonction du taux d'humidité du bois. Dans la première catégorie (insectes du bois frais), on trouve les ravageurs primaires qui se développent sur des arbres sains et les ravageurs secondaires envahissent plutôt des arbres malades ou des arbres nouvellement abattus. Ces insectes habitent les bois avec des taux d'humidité élevés, qui dépassent 30% et ne représentent aucun danger pour les constructions en bois. La deuxième catégorie (insectes du bois sec) englobe les ravageurs tertiaires qui envahissent le bois sec avec de faibles taux d'humidité. Cette catégorie d'insectes, constitué principalement des espèces de Coléoptères et de termites, est plus dangereuse que la première parce qu'elle entraîne des effets négatifs sur le bois œuvré.

2.1.2. Les bactéries

Ce sont généralement les premiers colonisateurs du bois et des monuments historiques en bois dans des conditions humides avec de faibles taux d'oxygène (Björdal et al., 1999; Blanchette, 1995; Greaves, 1971). Ils agissent souvent en synergie avec les champignons. Selon (Greaves, 1971), ces bactéries sont divisées en quatre groupes en fonction de leur rôle dans la dégradation du bois. On trouve les bactéries qui n'affectent pas le bois du point de vue structurel mais le rendent plus perméable aux liquides ; celles qui contribuent à l'affaiblissement du bois en attaquant les parois cellulaires ; celles qui participent à la détérioration et l'endommagement du bois en créant les conditions favorables pour le développement des champignons et finalement les bactéries qui influencent et inhibent les champignons destructeurs du bois. On les appelle bactéries « tunnelleuses », d'« érosion », « piqûres » et de « cavitation » en se basant sur la forme et la structure du bois après la détérioration (Johnston et al., 2016). Chacune d'entre elles entraîne une modification particulière à la structure du bois en dégradant une partie ou la totalité des composants du bois (Greaves, 1971, 1969; Kim and Singh, 2000; Viitanen and Ritschkoff, 1991).

2.1.3. Les champignons

À l'inverse des bactéries qui se développent en milieu anaérobique et n'ont qu'un effet modéré sur les propriétés mécaniques du bois, les champignons sont considérés comme les plus destructeurs du bois et requièrent un environnement humide avec une présence d'oxygène. On distingue deux types de champignons du bois. Des champignons lignicoles utilisant les substances de réserves se trouvant à l'intérieur des cellules du bois provoquant

REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

ainsi des dommages esthétiques de coloration plus ou moins intense d'où leur appellation champignons de coloration. Ces derniers englobent les moisissures, les champignons de bleuissement et les échauffures. Le deuxième type de champignons « champignons lignivores » impactent plutôt les propriétés mécaniques du bois, ils sont appelés aussi champignons de pourritures puisqu'ils sont responsables des détériorations du bois en œuvre via la consommation des constituants de la paroi cellulaire (la cellulose, hémicelluloses et la lignine). On distingue trois types de pourritures en fonction des constituants consommés :

- Les pourritures cubiques ou brunes : Les champignons responsables de ce type de pourriture s'attaquent sélectivement à la cellulose et l'hémicellulose de la paroi cellulaire du bois causant ainsi des pertes considérables de la résistance du bois et une défaillance structurelle rapide (Winandy and Morrell, 1993). Aux stades initiaux de la décomposition, la consommation de la cellulose est importante avec pratiquement une absence de signes visibles de décomposition à part le fait que le bois semble humide. Aux stades avancés de la destruction, le bois pourri brunit de plus en plus et devient friable (Goodell et al., 2008). Une apparition des fractures cubiques est remarquable suite à l'extraction de l'eau présente dans le bois (Niemenmaa et al., 2008; Yelle et al., 2011).

- Les pourritures fibreuses ou blanches : Les champignons de pourriture fibreuse consomment l'ensemble des substances macromoléculaires (la cellulose, hémicelluloses et la lignine). Deux types de pourritures blanches sont distingués en fonction du mode de consommation des composants de la paroi cellulaire du bois. Une pourriture blanche sélective dont la cellulose est dégradée en second lieu, partiellement ou totalement, après la dégradation de l'hémicellulose et la lignine et une pourriture simultanée dont la cellulose, l'hémicellulose et la lignine sont tous dégradés à la fois. Le deuxième type de pourriture blanche est le type le plus commun des pourritures présentes dans le bois (Blanchette, 1984; Eaton and Hale, 1993; Goodell et al., 2008). Aux stades avancés de la pourriture, le bois vieilli, prend une couleur blanche et devient fibreux avec des fibres ramollies, faciles à se séparer rendant ainsi le bois très fragile.

- Les pourritures molles : Les champignons de pourritures molles attaquent préférentiellement la cellulose du bois. Les champignons imparfaits et les Ascomycètes dégradent profondément la surface du bois, présents dans des endroits chauds avec des taux d'humidité élevés (Bailey and Vestal, 1937; Barghoorn and Linder, 1944; Zabel et al., 1985). On distingue deux types d'attaques de la paroi cellulaire du bois : L'attaque de type I connue par la formation des cavités par les hyphes des champignons dans la couche secondaire la moins lignifiée de la paroi cellulaire ; et une attaque dite de type II entraînant une érosion

REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

dans le lumen ainsi que l'ensemble des couches de la paroi cellulaire (Corbett, 1965; Goodell et al., 2008). Aux stades initiaux de la pourriture, la surface du bois affecté ressemble à une pourriture brune, elle se décolore, se ramollie et devienne plus fragile. Des fissures apparaissent à des stades avancés de la pourriture rendent le bois plus friable (Clausen and Kartal, 2003; Desch and Dinwoodie, 1996; Kollmann and Cote, 1984).

Ces différents agents biotiques de dégradation du bois que nous venons de voir, vivent souvent en communautés agrégées à des surfaces solides, formant ainsi ce qu'on appelle un biofilm. Ce mode de vie constitue le mode de vie favorable des microorganismes qui leur permet de s'échapper des conditions environnementales défavorables (Korber et al., 1995).

Nous allons détailler par la suite ce que veut dire un biofilm ainsi que les principales étapes aboutissant à sa formation.

3. Préservation du bois vis-à-vis sa biodétérioration

Le bois est un ancien matériau utilisé pour la construction des bâtiments, des ouvrages et des monuments historiques. Toutefois, ce matériau est particulièrement sensible à son environnement. Ainsi, les conditions humides créent un environnement très propice à la croissance de divers agents de dégradation tels que les champignons, les bactéries et les insectes xylophages. Ces agents, dits biotiques, sont responsables de l'endommagement du bois. Ils adhèrent à la surface en décomposant les polymères complexes constituant le bois via les enzymes hydrolytiques qu'ils secrètent. Cela entraîne une dégradation des propriétés esthétiques, une biodétérioration et une réduction de la durabilité du bois (Blanchette, 2000; Chedgy et al., 2007; Gobakken and Vestøl, 2012; Ortiz et al., 2014; Sterflinger and Piñar, 2013).

Différentes techniques ont été utilisées afin de préserver le bois contre ces attaques biologiques extérieures et lui assurer une durée de vie plus longue. Parmi ces méthodes, on distingue les produits chimiques de préservation classiques. Ces derniers ont montré une toxicité élevée pour l'homme et pour l'environnement alors de nouvelles alternatives comme le traitement thermique et les modifications chimiques ont été développées (Courtois et al., 2006; Hill, 2006; Militz, 2002). Dans les paragraphes qui suivent, nous allons présenter les différentes techniques préventives dites « anti-adhésion » qui consistent à empêcher l'installation des biofilms et ainsi préserver le bois.

REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

3.1. Les produits de préservation classiques

Parmi les méthodes de préservation classiques, on distingue les produits chimiques de préservation classiques comme :

- La créosote et les naphtésates métalliques classés dans la catégorie des produits huileux appelés aussi goudrons : Ils possèdent des propriétés fongicides et insecticides importantes. La créosote connue par sa toxicité élevée et sa propriété cancérigène est constituée essentiellement d'hydrocarbures aromatiques polycycliques, de composés phénoliques et de composés hétérocycliques azotés alors que les naphtésates métalliques représentent une association de l'acide naphténiqne avec le sel de cuivre (naphtésate de cuivre) ou le sel de zinc (naphtésate de zinc).

- Les triazoles, les carbamates et les sels d'ammonium quaternaires classés dans la catégorie des produits organiques : Ils disposent des propriétés fongicides avec un taux de toxicité relativement faible par rapport au pentachlorophénol (PCP) organique utilisé auparavant pour protéger le bois et la créosote jugées trop toxiques pour l'homme et l'environnement. D'autres familles comme les pyréthroides et les dérivés de l'imidaclopride font partie des produits organiques utilisés à la place du pentachlorophénol (PCP). Ces derniers ont des propriétés plutôt insecticides et termiticides.

- Les mélanges de sels métalliques, notamment d'arsenic, de chrome, de cuivre ou de zinc et des produits à base de bore, tels que l'acide borique ou le borax classés dans la catégorie des produits hydrosolubles : Ils sont connus par leurs propriétés fongicides, insecticides et antibactériens. Les multisels se présentent sous différentes formulations : les multisels cuivre/chrome/arsenic (CCA), les multisels contenant de l'ammoniaque comme l'arséniate de cuivre ammoniacal (ACA) et l'arséniate de cuivre et de zinc ammoniacal (AZCA), les multisels sans arsenic tels que les mélanges cuivre/chrome/bore (CCB) ou acide chromique/dichromate de sodium/sulfate de cuivre. Les produits de cette catégorie notamment, les produits à base de bore et les multisels contenant de l'arsenic et du chrome sont jugés très toxiques.

3.2. Le contexte réglementaire

Certes, les produits classiques présentent des propriétés insecticides et fongicides importantes, ils permettent le développement de surfaces à revêtements antimicrobiens qui visent non seulement à repousser l'adhésion des microorganismes mais à l'éviter en éliminant et tuant les microorganismes. Cependant, du fait de leur toxicité élevée pour l'homme et pour l'environnement, l'utilisation de certains produits a été interdite ou limitée uniquement pour

REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

quelques usages. Une directive européenne appelée «Directive Biocides» 98/8/CE a été mise en place afin de limiter la mise sur le marché des produits biocides et assurer ainsi un niveau de protection pour l'homme et l'environnement («Parlement Européen, Conseil de l'Union Européenne. Directive 98/8/CE,» 1998). Une autre directive 2003/2/CE relative à l'utilisation de l'arsenic considéré comme substance biocide hautement toxique, a interdit son emploi dans le traitement de bois («Commission des Communautés Européennes. Directive 2003/2/CE,» 2003). Cela a fait appel au développement de traitements plus écologiques dits « non biocides » pour protéger le bois. Il s'agit de modifier la structure du bois via des méthodes physiques comme les traitements thermiques et les traitements par plasma ou chimiques pour augmenter sa durabilité.

3.3. Les traitements thermiques du bois

Différentes techniques ont été utilisées, la méthode la plus simple consiste à sécher le bois, naturellement ou à l'aide des séchoirs, dans le but d'évaporer l'eau présente et protéger le bois des agressions fongiques. Il s'est avéré que les propriétés mécaniques du bois ont été améliorées après traitement.

D'autres techniques plus poussées nécessitent l'utilisation des appareillages et des installations particuliers dont le principe consiste en une montée en température progressive du bois sous atmosphère contrôlée dans le but de dégrader certains constituants du bois, responsables de ses propriétés hygroscopiques et de son caractère biodégradable. On distingue différents procédés de traitements thermiques, les plus importants sont développés principalement en Finlande, en France et aux Pays-Bas (Schreiber and Chanrion, 2002). Il s'agit des procédés ThermoWood®, Rétification® et Plato® respectivement, ils diffèrent par l'atmosphère utilisée (l'azote N₂, vapeur d'eau) mais aussi par les cycles de chauffe (température maximale atteinte et la durée totale du cycle). La température et le temps de traitement varient en fonction des variétés du bois, de l'épaisseur du bois traité et des propriétés souhaitées. Généralement, la température finale de traitement est comprise entre 150°C et 260°C et la durée oscille entre 7 et 70 heures (Abibois, 2012). Des études portant sur l'effet du traitement thermique sur les propriétés physicochimiques et mécaniques ont été réalisées. Les résultats montrent que les propriétés mécaniques du bois s'en trouvent modifiées à des températures de 120-180°C pour (Bakar et al., 2013) et de 120-220°C pour (Araújo et al., 2016) avec une amélioration de la stabilité dimensionnelle et la durabilité des espèces étudiées. D'après (Chaouch, 2011), cette amélioration est due au caractère hydrophobe du bois suite au traitement thermique et à la dégradation des hémicelluloses

REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

possédant des propriétés hydrophiles. En outre, le durcissement du bois est dû à l'établissement des ponts entre les molécules de lignine alors que la modification des propriétés mécaniques du bois est expliquée par l'hydrolyse des zones amorphes de la cellulose à des températures élevées et la cristallisation de nouveau de cette dernière. Certes, ces procédés à haute température présentent quelques atouts pour le bois. Cependant, ils le fragilisent. Ce dernier devient cassant, sa résistance à la rupture en flexion et au cisaillement devient faible et sa résistance aux chocs diminue. Une coloration marron et une forte odeur s'ajoutent aux inconvénients multiples de cette méthode.

Un autre traitement très ancien qui a été utilisé par les artisans pour protéger le bois des champignons et améliorer sa stabilité dimensionnelle s'ajoute à la méthode de séchage classique ainsi que les procédés cités précédemment. Il s'agit du traitement oléothermique (Procédé OHT® : Oil Heat Treatment) qui vise à faire cuire le bois dans un bain d'huile d'origine végétale. Les huiles végétales comme l'huile de colza, de lin et de tournesol jouent le rôle du vecteur thermique à la place de l'azote ou bien de la vapeur d'eau utilisée dans les autres procédés. Ces dernières résistent à des températures élevées, elles sont disponibles et peu coûteuses. Ce procédé nécessite une élimination des huiles utilisées et un chauffage à l'air afin de permettre le durcissement de l'huile à la surface du bois. Les substances hydrophobes présentes en surface constituent une barrière limitant l'adhésion des microorganismes ainsi que les échanges d'humidité. Cependant, la quantité de l'huile absorbée limite son utilisation extérieure du fait de l'augmentation de la masse du bois en huile (Sailer et al., 2000).

3.4. Les traitements par plasma

Le traitement par plasma est un traitement qui vise à exciter et injecter un gaz à la surface d'un matériau. Ce gaz chargé électriquement entraîne ainsi des modifications sur les propriétés de surface du matériau traité réduisant ainsi ou empêchant l'adhésion des microorganismes (Valt, 2009). Le traitement du bois par plasma a été utilisé par plusieurs auteurs. En effet, la mouillabilité du bois a été améliorée après seulement quelques secondes du traitement par plasma d'oxygène (Potočňáková et al., 2013). La résistance du bois aux champignons de pourriture brune notamment au *Postia placenta* FPRL 280 a été améliorée après traitement par plasma d'O₂/N₂ à 100 W pendant 10 min (Temiz et al., 2016).

REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

3.5. Les modifications chimiques

Comme alternative aux méthodes de préservation classique, la modification chimique du bois lui confère une protection contre les attaques biologiques ainsi qu'une amélioration de sa stabilité dimensionnelle. Cette modification chimique se traduit par la formation de liaisons covalentes entre le réactif chimique utilisé et le bois. En effet, la présence des groupements hydroxyles au niveau de la cellulose, les hémicelluloses et la lignine aboutit à la formation de liaisons covalentes avec le réactif choisi. Une réticulation entre les groupes hydroxyles du bois peut aussi avoir lieu. On distingue plusieurs procédés de modification chimique des constituants du bois selon la nature du réactif employé dont les plus importants sont :

- L'estérification utilisant des anhydrides acides (des anhydrides acétiques, butyriques, succiniques, maléiques et autres), des acides carboxyliques et des chlorures d'acide carboxylique comme réactifs ;
- L'éthérification faisant intervenir comme réactif les époxydes ou bien les halogénures d'alkyles ;
- L'acétalisation réalisée entre les composants de la paroi cellulaire du bois et un aldéhyde. On parle d'une réticulation et formation de pontage chimiques entre les polymères du bois ;
- Les réactions avec les isocyanates ;
- La cyanoéthylation utilisant l'acrylonitrile comme réactif.

En général, les réactifs pénètrent dans le bois soit par capillarité (le cas des réactifs apolaires) soit ils pénètrent à l'intérieur des parois cellulaires (le cas des réactifs polaires) et donc les réactions bois-réactifs vont avoir lieu uniquement en surface des parois cellulaires et dans le lumen ou bien en surface, dans les parois cellulaires et dans le lumen à la fois. Dans toutes ces réactions, l'emploi d'un catalyseur est primordial, il peut être de nature acide ou basique. Les catalyseurs diffèrent d'une réaction à autre assurant ainsi une bonne pénétration des réactifs et permettant un contrôle des conditions opératoires de la réaction (la baisse de la température) et une conservation des propriétés esthétiques et mécaniques du bois.

Les modifications chimiques citées précédemment entraînent des modifications de la composition chimique du bois. Un autre type de modification chimique a été mis en œuvre, il influence les propriétés physicochimiques du bois sans affecter ses composantes chimiques. Ce type de traitement vise à imprégner en premier des monomères ou des polymères à travers la paroi cellulaire du bois et ensuite faire une polymérisation pour faire durcir le bois et

REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

augmenter sa résistance aux agents biologiques de dégradation. On distingue plusieurs traitements d'imprégnation dont les plus importants sont les suivants :

- Les résines : Des résines à base de formaldéhyde (urée/formaldéhyde (UF), mélamine/formaldéhyde (MF) et phénol/formaldéhyde (PF)) ainsi que des résines alkydes, époxydes, isocyanates ou polyesters ont été employées pour protéger le bois (Duret, 2013). Les résines UF, MF et PF ont été utilisées en solution dans le méthanol pour l'imprégnation et la préservation du bois tropical *Anthocephalus cadamba* (Deka and Saikia, 2000). D'autres types de résines à savoir les résines N-méthylols dont les 1,3-diméthylol-4,5-dihydroxyéthylèneurée (DMDHEU) ont été utilisées pour protéger le bois de hêtre. Ces derniers limitent l'absorption de l'eau par le bois via la création de brosses hydrophobes et empêchent la reconnaissance et l'adhésion des champignons (Pfeffer et al., 2011). Des résines polyesters mélangées à du styrène avec du brome ont amélioré les propriétés du bois de Pin blanc : *Pinus strobus* (Mahmoud et al., 2001). En 2007, (Zhenhua and Dong, 2007) ont imprégné des résines polyuréthanes dans du bois de peuplier asiatique : *Populus ussuriensis* chose qui a bloqué les sites hydroxyles hydrophiles et a renforcé la structure du bois. (Solpan and Güven, 1995) ont trouvé que le traitement des bois de cèdre, chêne, épicéa et du hêtre avec une résine époxyde telle que l'allyle-2,3-époxypropyle éther mélangée aux monomères diminue l'hygroscopie du bois et limite sa biodégradation.

- Les polyéthylène-glycols : Ils sont relativement solubles dans l'eau. Leur caractère hydrophile diminue avec l'augmentation de leur masse moléculaire (Akitsu et al., 1991). Ces derniers restent adsorbés en surface des parois cellulaires formant ainsi des brosses moléculaires et limitant l'adhésion des cellules (Banerjee et al., 2011).

- Les glycérols et polyglycérols : Ils aident à améliorer la stabilité dimensionnelle du bois. (Toussaint-Dauvergne et al., 2000) ont utilisé le glycérol avec le glyoxal et l'acide borique pour imprégner le bois de Pin sylvestre : *Pinus sylvestris*. Ce mélange a montré une inhibition et une résistance à la croissance de *Poria placenta*. (Roussel et al., 2001) ont montré que le bois de sapin : *Picea abies* et de hêtre : *Fagus sylvatica* résistent mieux à l'attaque fongique par *Coriolus versicolor* et *Poria placenta* après traitement avec le mélange polyglycérols et anhydride maléique. Une résistance à la croissance des champignons de pourriture du bois cités précédemment a été observée après imprégnation du bois de hêtre et de pin avec du méthacrylate de polyglycérols (polyglycérols avec de méthacrylate de glycidyle) (Soulounganga et al., 2004).

- Les produits contenant du silicium : Ils ont été largement utilisés pour la protection du bois. En effet, l'aubier de *Cryptomeria* du Japon : *Cryptomeria japonica* imprégné avec du

REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

silicate de sodium et une solution de sels inorganiques à base de produits borés a montré une résistance aux termites et aux attaques fongiques avec une faible perte de masse par rapport au bois non traité et/ou traité uniquement avec des composés borés (Furuno and Imamura, 1998). (Hager, 1995) a utilisé des microémulsions composées de différents polymères à savoir les silanes, siloxanes et les polysiloxanes fonctionnalisés ou non. Ces derniers pénètrent à travers la porosité du bois et forment une brosse conférant au bois un caractère hydrophobe.

- Les monomères vinyliques : Ils sont souvent utilisés en combinaison avec d'autres monomères. Le styrène est un monomère vinylique qui a été largement employé en mélange avec le méthacrylate de méthyle (MMA), l'acétate de vinyle ou d'autres acrylates (Alma et al., 1996; Mahmoud et al., 2003; Rozman et al., 1995; Wright and Mathias, 1993). (Solpan and Guven, 1998) ont montré que l'absorption d'eau a diminué de 50% après traitement du bois de cèdre et du chêne avec des copolymères (Allyle Glycidyl Ether/méthacrylate de méthyle) et (Allyle Glycidyl Ether/AcryloNitrile) et que les deux variétés du bois testés ont résisté aux pluies.

III. Enjeux majeurs : Adhésion et formation des biofilms microbiens

1. Biofilms

1.1. Définition

Un biofilm est un agrégat de microorganismes attachés irréversiblement à une surface biotique ou abiotique, entourés d'une matrice de substances polymériques extracellulaires (SPE) fabriquée par les microorganismes eux même (Donlan and Costerton, 2002; Hall-Stoodley et al., 2012). Cette matrice de SPE est composée de polysaccharides (40-95%), des protéines (1-60%), des acides nucléiques (1-10%), des lipides (1-10%) et des substances humiques en traces (Flemming et al., 2016; Tian, 2008; Wingender et al., 1999). De nombreuses fonctions sont assurées par la matrice de SPE en fonction des microorganismes constituant le biofilm, de la température ainsi que la disponibilité des nutriments. Elle assure la colonisation des surfaces par les microorganismes dans leur état planctonique, l'attachement irréversible du biofilm à la surface, le maintien d'un environnement idéal pour les microorganismes formant le biofilm ; un environnement hydraté, protégé des agents antimicrobiens et détoxifié. La matrice de SPE représente aussi une source de nutriments pour les microorganismes du biofilm et garantit l'échange des informations génétiques entre les cellules (Flemming and Wingender, 2010). Un biofilm peut être un assemblage d'une seule espèce de champignons, de bactéries, d'algues ou protozoaires mais aussi de plusieurs et

REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

différentes espèces (Einaga and Harada, 2005). Dans cette thèse, nous avons étudié uniquement le cas de biofilms fongiques.

1.2. Les étapes de la formation d'un biofilm

Le développement d'un biofilm n'est pas simplement une agrégation de microorganismes comme on vient de citer dans la définition, il passe par différentes étapes bien distinctes (Figure 8) :

- L'adhésion initiale : Au cours de cette étape, des interactions physicochimiques de type Van der Waals, électrostatiques, acido-basiques ainsi que des interactions hydrophobes sont établies entre les microorganismes et la surface. Un film de conditionnement composé de métaux minéraux, de protéines, de lipides ainsi que des polysaccharides est formé à la surface et facilite l'établissement d'une proximité entre les microorganismes et la surface favorisant ainsi leur adhésion (Heilmann et al., 1997; Rochford et al., 2012). Ce film de conditionnement dépend de la charge et l'hydrophobie de la surface mais aussi d'autres paramètres comme le temps d'exposition (Rochford et al., 2012). L'adhésion à ce niveau peut être réversible et le microorganisme peut retourner à son état planctonique après détachement de la surface.

- La croissance du biofilm : L'adhésion est irréversible à ce niveau, les microorganismes se multiplient de plus en plus et adhèrent les uns aux autres formant ainsi des micro-colonies. Ces derniers sont entourés d'une matrice de SPE (Flemming et al., 2016; Koo et al., 2017; Römling et al., 2014).

- La maturation du biofilm : Le développement du biofilm continu avec une formation d'une communauté multicellulaire structurée assurant une protection contre les attaques extérieures. En effet, les microorganismes libèrent des autorégulateurs et entraînent des modifications au niveau des expressions génétiques, chose qui stimule la production de facteurs de virulence (Mangwani et al., 2012). La circulation des sources nutritives est aussi assurée par cette communauté multicellulaire via des canaux (Costerton et al., 1999).

- Le détachement cellulaire : Les microorganismes se détachent du biofilm dans leur état planctonique du départ pour former de nouveaux biofilms avec des conditions environnementales plus favorable. Plusieurs causes sont derrière la libération des microorganismes comme la disponibilité des nutriments, de l'oxygène ainsi que l'âge du biofilm qui prend une structure plus volumineuse.

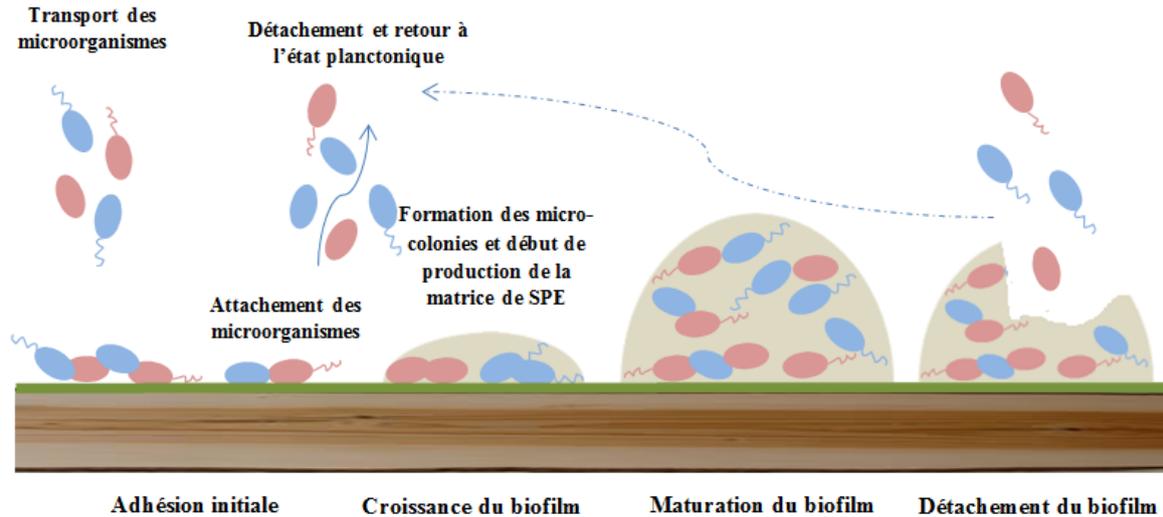


Figure 8 : Etapes de la formation d'un biofilm.

2. L'adhésion des microorganismes sur les surfaces solides

L'adhésion est une étape primordiale pour le développement d'un biofilm. On trouve une adhésion réversible dont les microorganismes, à l'état libre, se détachent de la surface et une adhésion irréversible aboutissant à la formation d'un biofilm. Cependant, un rapprochement des microorganismes à la surface solide vient bien avant l'étape de l'adhésion. Ainsi, les microorganismes sont transportés vers la surface soit grâce à leur propre mobilité soit grâce au mouvement du fluide (mouvement brownien, sédimentation, écoulement) dans lequel ils sont en suspension. Par la suite, les microorganismes s'attachent à la surface via des interactions physicochimiques non covalentes : des interactions électrostatiques et des interactions non-électrostatiques regroupant les interactions de Lifshitz-Van der Waals et les interactions acide-base de Lewis. On distingue, en principe, deux théories expliquant les interactions mises en évidence dans l'adhésion des microorganismes aux surfaces : Une approche thermodynamique et une théorie Derjaguin, Landau, Verveij et Overbeek (DLVO).

2.1. Approche thermodynamique

L'approche thermodynamique considère l'adhésion microbienne comme un état d'équilibre dans une nouvelle interface microorganisme-support prenant en compte les interactions de Lifshitz-Van der Waals ainsi que les interactions acide-base de Lewis et négligeant les interactions électrostatiques. Ainsi l'énergie libre accompagnant l'adhésion est exprimée comme suit :

$$\Delta G_{SML}^{Adh} = \Delta G_{SML}^{LW} + \Delta G_{SML}^{AB} \quad (1)$$

REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

Avec :

- ΔG_{SM}^{LW} : L'énergie d'interaction liée aux forces de Van der Waals entre le support et le microorganisme, plongés dans un liquide. Elle est définie selon l'équation de Dupré (Dupré and Dupré, 1869) :

$$\Delta G_{SML}^{LW} = \gamma_{SM}^{LW} - \gamma_{SL}^{LW} - \gamma_{ML}^{LW} \quad (2)$$

γ_{SM}^{LW} , γ_{SL}^{LW} et γ_{ML}^{LW} : Les tensions interfaciales liées aux forces de Van der Waals entre le support et le microorganisme, le support et le liquide et entre le microorganisme et le liquide. Elles sont représentées par les relations (Good and Girifalco, 1960) :

$$\gamma_{SM}^{LW} = \gamma_S^{LW} + \gamma_M^{LW} - 2\sqrt{\gamma_S^{LW}\gamma_M^{LW}} \quad (3)$$

$$\gamma_{SL}^{LW} = \gamma_S^{LW} + \gamma_L^{LW} - 2\sqrt{\gamma_S^{LW}\gamma_L^{LW}} \quad (3')$$

$$\gamma_{ML}^{LW} = \gamma_M^{LW} + \gamma_L^{LW} - 2\sqrt{\gamma_M^{LW}\gamma_L^{LW}} \quad (3'')$$

Donc, la combinaison des équations (2), (3), (3') et (3'') permet d'obtenir l'équation suivante pour l'énergie d'interaction liée aux forces de Van der Waals entre le support et le microorganisme, plongés dans un liquide :

$$\Delta G_{SML}^{LW} = 2 \left(\sqrt{\gamma_S^{LW}\gamma_L^{LW}} + \sqrt{\gamma_M^{LW}\gamma_L^{LW}} - \sqrt{\gamma_S^{LW}\gamma_M^{LW}} - \gamma_L^{LW} \right) \quad (4)$$

γ_S^{LW} , γ_M^{LW} et γ_L^{LW} représentent les composantes Van der Waals de la tension de surface du support, du microorganisme et du liquide respectivement.

- ΔG_{SM}^{AB} : L'énergie d'interaction liée aux forces acido-basiques de Lewis entre le support et le microorganisme, immergés dans un liquide. Elle est définie aussi selon l'équation de Dupré (Dupré and Dupré, 1869):

$$\Delta G_{SML}^{AB} = \gamma_{SM}^{AB} - \gamma_{SL}^{AB} - \gamma_{ML}^{AB} \quad (5)$$

γ_{SM}^{AB} , γ_{SL}^{AB} , γ_{ML}^{AB} : Les tensions superficielles liées aux interactions acide-base de Lewis entre le support et le microorganisme, le support et le liquide et entre le microorganisme et le liquide. Selon (C.J. Van Oss et al., 1988), elles sont représentées par les relations suivantes :

REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

$$\gamma_{SM}^{AB} = 2(\sqrt{\gamma_S^+} - \sqrt{\gamma_M^+})(\sqrt{\gamma_S^-} - \sqrt{\gamma_M^-}) \quad (6)$$

$$\gamma_{SL}^{AB} = 2(\sqrt{\gamma_S^+} - \sqrt{\gamma_L^+})(\sqrt{\gamma_S^-} - \sqrt{\gamma_L^-}) \quad (6')$$

$$\gamma_{ML}^{AB} = 2(\sqrt{\gamma_M^+} - \sqrt{\gamma_L^+})(\sqrt{\gamma_M^-} - \sqrt{\gamma_L^-}) \quad (6'')$$

Donc, la combinaison des équations (5), (6), (6') et (6''), permet d'obtenir l'équation suivante pour l'énergie d'interaction liée aux forces acido-basiques de Lewis entre le support et le microorganisme, immergés dans un liquide :

$$\Delta G_{SML}^{AB} = 2[\sqrt{\gamma_L^+}(\sqrt{\gamma_S^-} + \sqrt{\gamma_M^-} - \sqrt{\gamma_L^-}) + \sqrt{\gamma_L^-}(\sqrt{\gamma_S^+} + \sqrt{\gamma_M^+} - \sqrt{\gamma_L^+}) - \sqrt{\gamma_S^+ \gamma_M^-} - \sqrt{\gamma_S^- \gamma_M^+}] \quad (7)$$

γ^+ et γ^- représentent les paramètres accepteur et donneur d'électrons de la tension superficielle du support (S), du microorganisme (M) et du liquide (L).

Alors, l'énergie libre accompagnant l'adhésion est exprimée comme suit :

$$\Delta G_{SML}^{Adh} = 2 \left(\sqrt{\gamma_S^{LW} \gamma_L^{LW}} + \sqrt{\gamma_M^{LW} \gamma_L^{LW}} - \sqrt{\gamma_S^{LW} \gamma_M^{LW}} - \gamma_L^{LW} + \sqrt{\gamma_L^+}(\sqrt{\gamma_S^-} + \sqrt{\gamma_M^-} - \sqrt{\gamma_L^-}) + \sqrt{\gamma_L^-}(\sqrt{\gamma_S^+} + \sqrt{\gamma_M^+} - \sqrt{\gamma_L^+}) - \sqrt{\gamma_S^+ \gamma_M^-} - \sqrt{\gamma_S^- \gamma_M^+} \right) \quad (8)$$

L'adhésion des microorganismes sur un support solide est favorable si l'énergie libre est négative. L'adhésion de ces derniers ne peut pas y arriver dans le cas où l'énergie libre est positive.

2.2. Approche DLVO

Développée par (Derjaguin and Landau, 1941) et (Verwey and Overbeek, 1948), cette approche vise à envisager s'il y a une attraction ou une répulsion entre les microorganismes (particules sphériques) et une surface solide plate, séparées par une distance (le cas d'une adhésion microbienne), en calculant l'énergie libre d'interaction totale ΔG^{TOT} . Cette approche prend en considération les interactions attractives de Lifshitz-Van der Waals et les interactions électrostatiques répulsives. Ainsi, l'énergie libre d'interaction totale, selon l'approche DLVO, est la somme des énergies liées à ces deux types d'interactions, elle est exprimée comme suit :

$$\Delta G^{TOT} = \Delta G^{LW} + \Delta G^{EL} \quad (9)$$

- ΔG^{LW} : L'énergie libre due aux interactions de Van der Waals. Elle est définie selon l'équation suivante pour le cas de particules de même taille :

REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

$$\Delta G^{LW} = -\frac{A}{6} \left[\frac{2a^2}{d(4a+d)} + \frac{2a^2}{(2a+d)^2} + \ln \frac{d(4a+d)}{(2a+d)^2} \right] \quad (10)$$

Avec :

A : Constante de Hamaker d'interaction ;

a : Rayon de la particule sphérique ;

d : Distance de séparation entre les deux particules.

En général, on considère l'adhésion des microorganismes à une surface comme des particules ou des colloïdes similaires de même taille.

- ΔG^{EL} : L'énergie libre due aux interactions électrostatiques. Selon (Visser, 1976), ΔG^{EL} entre une particule sphérique et une surface est définie par la relation suivante :

$$\Delta G^{EL} = R\psi_0^2 \varepsilon \ln[1 + \exp(-\kappa l)] \quad (11)$$

R : Rayon de la particule sphérique ;

ψ_0 : Potentiel de surface de la particule sphérique ;

ε : Constante diélectrique du milieu liquide ;

$1/\kappa$: Longueur de Debye ou épaisseur de la couche ionique ;

l : Distance entre la surface solide et le bord extérieur de la particule sphérique.

Avec :

$$\psi_0 = \xi \left(1 + \frac{z}{a} \right) \exp(\kappa z) \quad (12)$$

Et :

$$\frac{1}{\kappa} = \sqrt{\frac{\varepsilon kT}{4\pi e^2 \sum_i v_i^2 n_i}} \quad (13)$$

z : Distance entre la surface de la particule sphérique et la surface de friction ;

a : Rayon de la particule ;

ε : Constante diélectrique du milieu liquide ;

k : Constante de Boltzmann ;

T : Température absolue exprimée en Kelevin ;

e : Charge de l'électron ;

v_i : Valence de chaque espèce ionique ;

n_i : Nombre d'ions de chaque espèce par cm^3 de liquide.

L'énergie libre d'interaction totale dépend de la force ionique du milieu mais aussi de la distance entre le microorganisme et la surface solide (Bellon-Fontaine and Fourniat, 1994;

REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

Hori and Matsumoto, 2010; Meinders et al., 1995). Quand un microorganisme se rapproche d'une surface solide, il subit une attraction due aux interactions de Van der Waals qui croit de plus en plus avec le contact entre le microorganisme et la surface. Or, immergés dans un liquide, le microorganisme et la surface sont recouverts d'une double couche ionique associée aux groupements chargés portés à la surface de ces derniers pour assurer un maintien d'électronégativité. Et là, ce sont les interactions électrostatiques répulsives qui interviennent (Rutter and Vincent, 1980). Ainsi, dans un milieu à faible force ionique, l'énergie libre d'interaction totale est positive et l'attachement du microorganisme sur la surface est empêché par une barrière énergétique. Cette barrière énergétique s'affaiblit favorisant l'attachement irréversible du microorganisme à la surface dans un milieu à force ionique élevée et l'énergie libre d'interaction totale prend des valeurs négatives (Hermansson, 1999; Hori and Matsumoto, 2010; Redman et al., 2004).

Certes, la théorie DLVO fournit une bonne explication du comportement de particules colloïdales. Néanmoins, pour expliquer le phénomène de l'adhésion microbienne à une surface solide, cette théorie reste limitée parce qu'elle ne prend en considération que les interactions à longues distances. En effet, des interactions intermoléculaires à courtes distances comme les liaisons hydrogènes peuvent intervenir et influencer la force de l'adhésion des microorganismes à des petites distances de séparation (inférieures à 1 nm). C'est pour cette raison que (Van Oss et al., 1986) ont élargi la théorie DLVO à une théorie DLVO étendue (XDLVO) plus adaptée au phénomène d'adhésion microbienne.

2.3. Théorie DLVO étendue (XDLVO)

La théorie XDLVO a été développée par (Van Oss et al., 1986), elle tient en compte des interactions dites non-DLVO autre que les interactions de Van der Waals et les interactions électrostatiques de la théorie DLVO classique. Des interactions polaires de Lewis (appelées interactions acido-basiques) sont introduites. Ainsi, l'énergie libre d'interaction totale ΔG^{TOT} est la somme de l'énergie libre due aux interactions électrostatiques ΔG^{EL} et non électrostatiques ΔG^{nonEL} . Elle est exprimée comme suit :

$$\Delta G^{TOT} = \Delta G^{EL} + \Delta G^{nonEL} \quad (14)$$

Avec ΔG^{nonEL} est la somme de l'énergie d'interaction de Lifshitz-Van der Waals (forces apolaires) et l'énergie d'interaction acide base de Lewis (forces polaires).

$$\Delta G^{TOT} = \Delta G^{EL} + \Delta G^{LW} + \Delta G^{AB} \quad (15)$$

REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

L'énergie d'interaction totale entre un microorganisme (particule sphérique) et une surface plane, séparées par une distance d (ΔG_d^{TOT}) est exprimée par la relation suivante :

$$\Delta G_d^{TOT} = \Delta G_d^{EL} + \Delta G_d^{LW} + \Delta G_d^{AB} \quad (16)$$

Avec :

$$\Delta G_d^{AB} = 2\pi a \lambda \Delta G_{d_0}^{LW} e^{\left(\frac{d_0-d}{\lambda}\right)} \quad (17)$$

a : Rayon du microorganisme (particule sphérique) ;

λ : Longueur de retard liée à l'interaction acido-basique ;

d_0 : Distance de séparation minimale due à la répulsion de Born.

3. Facteurs influençant l'adhésion microbienne

L'adhésion microbienne aux surfaces solides est un processus complexe influencé par de nombreux facteurs à savoir les conditions environnementales et les propriétés à la fois des microorganismes et de la surface à coloniser. Une connaissance approfondie de ces facteurs est nécessaire afin de pouvoir chercher les mesures préventives pour empêcher l'attachement des microorganismes et la formation des biofilms. Dans ce paragraphe, nous allons présenter une revue des différents facteurs influençant l'adhésion microbienne.

3.1. Influence des propriétés microbiennes

3.1.1. L'hydrophobicité de la surface microbienne

L'hydrophobicité d'un microorganisme joue un rôle important dans le phénomène de l'adhésion microbienne (El Abed et al., 2010; Liu et al., 2004; Van Loosdrecht et al., 1987). Elle varie d'une souche à une autre d'une même espèce et peut être influencée par le milieu environnant aussi bien que l'âge du microorganisme.

Généralement, les microorganismes hydrophiles préfèrent des surfaces hydrophiles et les microorganismes hydrophobes les surfaces hydrophobes. Ces derniers ont montré une capacité d'adhésion intéressante et supérieure à celles ayant un caractère hydrophile (Van Loosdrecht et al., 1987). Des études ont démontré l'influence de l'hydrophobicité de surface bactérienne sur l'adhésion. En effet, plus les souches sont hydrophobes, meilleure est l'adhésion. (Vacheethasane et al., 1998) ont observé une adhésion intéressante des souches de *Staphylococcus epidermidis* hydrophobes au polyéthylène. La même chose a été constatée pour l'adhésion des spores de *Bacillus cereus* hydrophobes aux différents matériaux hydrophobes (Husmark and Rönner, 1993).

REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

3.1.2. La charge de la surface microbienne

Immergé dans une solution aqueuse, un microorganisme comme toute particule est chargé électriquement du fait de l'ionisation de ces groupes de surface par la formation des ions positifs (Baillif et al., 2010). Généralement, un microorganisme en solution aqueuse est chargé négativement (Gottenbos et al., 2001; Jucker et al., 1996; Katsikogianni and Missirlis, 2004). Plusieurs paramètres peuvent influencer la charge d'un microorganisme à savoir son âge, sa structure mais aussi le pH et la force ionique du milieu suspensif (R. Briandet et al., 1999; Bunt et al., 1995; Pelletier et al., 1997a) et par conséquent, influencer son adhésion aux différents supports solides (Jana et al., 1999; Stanley, 1983). La charge de la surface d'un microorganisme joue un rôle important dans le phénomène de l'adhésion microbienne (El Abed et al., 2011a, 2011b, 2011c; Hamadi et al., 2005; van der Mei et al., 1997), spécialement pour les cellules hydrophiles (van Loosdrecht et al., 1989).

3.1.3. La préparation de la culture microbienne

À l'échelle du laboratoire, l'étape de préparation de la culture microbienne est une étape cruciale qui peut influencer sur le comportement adhésif des microorganismes en modifiant leur propriété de surface (Bruinsma et al., 2001). Elle passe par différentes étapes dont le lavage des microorganismes qui se fait via une centrifugation des cultures microbiennes. Au cours de cette étape, lorsque les cultures microbiennes sont tournées à des grandes vitesses, supérieures à la normale, des dommages au niveau de la surface peuvent être causés : les flagelles permettant la mobilité et le déplacement des microorganismes aussi bien que les pili ayant un rôle important dans l'adhésion des microorganismes aux surfaces risquent d'être rompus (Vatanyoopaisarn et al., 2000).

3.2. Influence des caractéristiques de la surface du matériau

3.2.1. La rugosité de la surface du matériau

La rugosité d'une surface est un paramètre à ne pas négliger dans le phénomène de l'adhésion microbienne. Généralement, l'adhésion est favorisée sur des surfaces rugueuses où les irrégularités forment un environnement adéquat et moins soumis aux facteurs extérieurs, notamment les courants de surface assurant ainsi le développement et la colonisation des microorganismes (Baker and Greenham, 1988; Mcallister et al., 1993; Quirynen et al., 1993). L'attachement des microorganismes est moins favorisé sur des surfaces plus lisse du fait de la diminution de la surface de contact entre le matériau et les microorganismes (Boulangé-Petermann et al., 1997; Scheuerman et al., 1998). La rugosité de la surface des matériaux

REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

semble entraîner des modifications sur les propriétés physicochimiques des surfaces, plus particulièrement l'hydrophobicité, et par conséquent favoriser ou non l'adhésion des microorganismes. Plusieurs études ont été réalisées concernant l'effet de la rugosité sur l'adhésion (Boulangé-Petermann et al., 1997; Jansen and Kohlen, 1995; Kerr et al., 1999; Scheuerman et al., 1998). Cependant, il reste difficile de faire une conclusion générale du fait de la variété des matériaux, des microorganismes, de l'intervalle de rugosité étudié ainsi que d'autres paramètres. (El Abed et al., 2012a) ont mené une étude théorique de l'adhésion de *Penicillium expansum* à la surface du bois de cèdre avec un intervalle de rugosité allant de 1,83 à 0,45 μm . Les résultats ont montré que plus le bois est rugueux, plus il est hydrophobe et plus l'adhésion est maximale ($R_a = 1,83 \mu\text{m}$). L'adhésion de *Penicillium expansum* diminue en lissant de plus en plus le bois. Une autre étude a été menée sur le verre avec un intervalle de rugosité allant de 3,55 à 0,46 μm confirmant de nouveau l'influence de la rugosité des matériaux sur l'adhésion. La prédiction de l'adhésion d'*Escherichia coli* 382 sur le verre s'est avérée maximale à une rugosité de 0,79 μm (Bengourram et al., 2009).

3.2.2. L'hydrophobicité de la surface du matériau

L'adhésion microbienne à une surface solide dépend non seulement de l'hydrophobicité du microorganisme comme on vient de citer précédemment mais aussi de celle de la surface du matériau. Généralement, les matériaux hydrophobes sont plus favorables à l'adhésion microbienne contrairement aux matériaux hydrophiles qui sont moins propices à ce phénomène (Hogt et al., 1983; Ludwicka et al., 1984; Satou et al., 1988). Afin de limiter l'adhésion des spores fongiques au bois de cèdre hydrophobe, des auteurs ont traité ce matériau par des substances naturelles comme les extraits de plantes aromatiques (Sadiki et al., 2017b, 2015b) et les composés majoritaires des huiles essentielles (Barkai et al., 2016c) pour le rendre hydrophile et par conséquent plus résistant à l'adhésion des spores fongiques.

3.2.3. La charge de la surface du matériau

La charge de la surface du matériau, en relation avec celle du microorganisme, joue un rôle important dans le phénomène de l'adhésion microbienne. Ainsi, un microorganisme chargé négativement sera attiré et s'attachera sur une surface chargée positivement, contrairement à une surface chargée négativement où l'adhésion sera découragée (Gottenbos et al., 2001; Harkes et al., 1991; Van der Mei et al., 1992). En effet, (Gottenbos et al., 2001) ont montré que l'adhésion initiale des souches Gram-positif et Gram-négatif testées était plus lente sur la surface du polyméthacrylate de méthyle chargé négativement que sur la surface du

REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

polyméthacrylate chargé positivement. Cependant, la colonisation des souches sur les surfaces était différente en fonction de la charge du matériau : sur un polyméthacrylate de méthyle, les souches Gram-négatif ont colonisé rapidement par rapport aux souches Gram-positif, alors que sur un polyméthacrylate, la colonisation était découragée pour les souches Gram-négatif.

3.3. Influence des conditions environnementales

3.3.1. Forces hydrodynamiques

Le regroupement des microorganismes, l'adhésion microbienne et la formation des biofilms sont influencés par l'existence de flux dans le milieu environnant. Ainsi, les microorganismes se regroupent à la surface du matériau sous forme de bandes parallèles au sens du courant en cas d'écoulement turbulent et sous forme de monticule en cas d'écoulement laminaire (Purevdorj-Gage and Stoodley, 2004; Stoodley et al., 2002, 1999).

À des faibles flux d'écoulement, l'adhésion des microorganismes est modérée du fait de l'épaisseur excessive de la couche formée à l'interface surface-liquide (Busscher and Van Der Mei, 2006; Donlan, 2002; Horn et al., 2003; Ochoa et al., 2007) et le biofilm formé est actif (Simões et al., 2010), moins dense et moins rigide du fait de la faible production de la matrice de SPE (Celmer et al., 2008; Wagner et al., 2009). L'adhésion est importante à des flux plus élevés par contre le biofilm formé est moins actif (Simões et al., 2010), la structure poreuse de ce dernier favorise le transfert des nutriments aussi bien que la production de la matrice de SPE entraînant un biofilm plus dense et rigide (Liu and Tay, 2002; Vrouwenvelder et al., 2010; Zhu and Chen, 2001). En cas de conditions extrêmes, un flux trop élevé peut causer une déformation et/ou un détachement du biofilm (Lewandowski, 2000; Ochoa et al., 2007).

3.3.2. Composition du milieu

La composition du milieu environnant joue un rôle essentiel dans l'adhésion et le développement d'un biofilm microbien. En effet, la présence des nutriments dans le milieu favorise le phénomène d'adhésion. (Skovager et al., 2013) ont constaté que l'approvisionnement du milieu environnant en L-leucine et en glucose a amélioré l'adhésion de *Listeria monocytogenes* à l'inverse du mannose qui l'a affaibli.

3.3.3. pH et force ionique

Le pH et la force ionique du milieu environnant influencent sur le comportement adhésif des microorganismes aux surfaces. Ils entraînent des modifications aux groupements chargés portés à la surface du microorganisme (Djeribi et al., 2013; Kim et al., 2010) et de la surface

REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

du matériau (Hamadi et al., 2009) induisant ainsi l'augmentation des interactions électrostatiques répulsives ; l'adhésion dans ce cas est favorable, ou la diminution de ces derniers et dans ce cas l'adhésion est empêchée. L'effet du pH sur l'adhésion microbienne a été étudié par plusieurs auteurs. En effet, (Hamadi et al., 2005) ont constaté qu'à des pH alcalins et acides (pH 2, pH 3), les cellules de *Staphylococcus aureus* ATCC 25 923 adhèrent faiblement à la surface du verre, alors que leur adhésion est importante à des pH variant de 4 à 6. Contrairement à ces résultats, (El Abed et al., 2012c) ont trouvé que l'adhésion de *Penicillium expansum* à la surface du bois de cèdre est plus importante à un pH de 3 et 11. Ces auteurs ont conclu que le pH influence non seulement le comportement adhésif mais aussi le regroupement des microorganismes aux surfaces. (Mafu et al., 2011) ont rapporté que le pH du milieu environnant a influencé le comportement adhésif de *Staphylococcus aureus*, *Aeromonas hydrophila* et *Escherichia coli* O157:H7 sur le verre et polystyrène.

3.3.4. Température

La température est un paramètre qui influence à son tour comme le pH, la force ionique et la composition du milieu sur le phénomène de l'adhésion microbienne. Cependant, il reste difficile de conclure sur la relation entre la température et le développement du biofilm du fait de la multiplicité des paramètres intervenants. (Ørstavik, 1977) a montré que la température stimule l'adhésion des microorganismes. (Gallardo-Moreno et al., 2002) ont également trouvé que l'adhésion de la souche *Enterococcus faecalis* au silicium augmente avec la température par contre son adhésion au verre augmente avec une baisse de température. D'autres chercheurs comme (Zeraik and Nitschke, 2012) ont trouvé que *Pseudomonas aeruginosa* adhère mieux au polystyrène à des basses températures dans les différents milieux testés alors que les autres souches étudiées ont montré un comportement adhésif divers selon la nature du milieu.

4. Techniques appliquées à l'étude de l'adhésion bactérienne et la caractérisation des biofilms

Les premières techniques qui ont été utilisées pour analyser un biofilm microbien étaient basées sur des paramètres microbiologiques comme le dénombrement des microorganismes adhérant à la surface, la mesure de l'épaisseur et le poids sec total d'un biofilm (Kinner et al., 1983; Murga et al., 1995; Stewart et al., 1995). Ces techniques ne semblaient pas être suffisantes pour comprendre le comportement physiologique des microorganismes fixés. Des méthodes optiques ont été alors mises au point avec un meilleur potentiel d'analyse des biofilms. Ces méthodes optiques n'étaient pas aussi efficaces du fait de la mauvaise

REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

pénétration de la lumière optique dans la matrice de biofilms due au regroupement des microorganismes qui peut, dans certains cas, avoir la forme d'un paquet très dense (Denkhaus et al., 2007). De ce fait, la recherche de nouvelles techniques microscopiques et spectroscopiques a été nécessaire pour caractériser les surfaces en contact avec les entités biologiques. Parmi ces techniques, on peut citer les suivantes :

- Microscopie Confocale à Balayage Laser (CLSM : Confocal Laser Scanning Microscopy) : Elle aide à comprendre le processus de la formation des biofilms en étudiant des biofilms vivants en conditions *in situ* (Lawrence and Neu, 2003). La Microscopie Confocale à Balayage Laser apporte des informations sur la dynamique et la structure tridimensionnelle des biofilms microbiens et permet de visualiser les différents composants (les cellules microbiennes) fluorescents d'un biofilm (Leis et al., 2005; Neu et al., 2004; Zhang and Fang, 2001).

- Microscopie Électronique à Balayage (SEM : Scanning Electron Microscopy) : Elle aide à visualiser les biofilms, dans leurs environnements, développés sur des biomatériaux minces et opaques (Cortizo and Fernández Lorenzo De Mele, 2003). Cette méthode apporte des informations précises sur la topographie de la surface, la population microbienne, la structure et l'épaisseur du biofilm avec une résolution nanométrique. Certes, la Microscopie Électronique à Balayage possède plusieurs avantages. Cependant, elle nécessite une préparation complexe des échantillons biologiques (métallisation des échantillons) en plus de la présence d'un vide pour les déshydrater au préalable et obtenir une couche conductrice pour les électrons (El Abed et al., 2012b).

- Microscopie Électronique à Balayage Environnemental (ESEM : Environmental Scanning Electron Microscopy) : Elle est conçue pour la caractérisation et la surveillance des biofilms formés sur des matériaux humides avec une très haute résolution. Ayant les mêmes fonctionnalités que la Microscopie Électronique à Balayage avec un surplus d'analyser les échantillons hydratés en atmosphère gazeuse. Ainsi, aucune fixation ni coloration des échantillons ne sont demandées avant l'analyse (El Abed et al., 2012b).

- Microscopie de Transmission des rayons X à Balayage (STXM : Scanning Transmission X-ray Microscopy) : Elle est utilisée pour les matériaux biologiques entièrement hydratés. Cette technique utilise comme mécanisme de contraste la spectroscopie de structure fine près du seuil d'absorption de rayons X (NEXAFS : Near Edge X-Ray Absorption Fine Structure) et apporte des informations qualitatives et quantitatives détaillées sur les métaux présents dans un biofilm (Dynes et al., 2006).

REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

- Microscopie à Force Atomique (AFM : Atomic Force Microscopy) : Elle fait partie de la Microscopie à Sonde Locale (SPM : Scanning Probe Microscopy) qui regroupe à la fois l'AFM et la Microscopie à Effet Tunnel (STM : Scanning Tunnel Microscopy). C'est une technique très utilisée pour dévoiler une topographie approfondie d'une surface à très faible échelle atomique, en particulier les biopolymères incluant l'ADN, les lipides, les protéines et les interactions ADN-protéines (Bottomley, 1998; Hansma et al., 2000).
- Spectroscopie de rayons X (X-Ray Spectroscopy) : Elle permet de fournir les détails structurels, la distribution et la quantification des éléments lourds présents dans un biofilm (Trainor et al., 2006).
- Spectroscopie Photoacoustique (PAS : Photoacoustic Spectroscopy) : Elle assure une analyse en profondeur des biofilms développés sur des milieux optiquement et acoustiquement inhomogènes (Schmid et al., 2003, 2001).
- Spectroscopie de réflectance (Reflectance spectroscopy) : Elle est utilisée pour mesurer les biofilms formés sur des surfaces opaques et non opaques (Broschat et al., 2005).
- Spectroscopie par résonance magnétique nucléaire (NMR spectroscopy : Nuclear Magnetic Resonance spectroscopy) : Elle fournit des informations métaboliques telles que la concentration des métabolites ainsi que des images sur le volume et la distribution de la biomasse (Brecker and Ribbons, 2000).
- Réflectance Totale Atténuée-Spectroscopie Infrarouge (ATR-IR spectroscopy : Attenuated Total Reflectance-Infrared spectroscopy) est une technique qui fait partie de la spectroscopie infrarouge. Elle a été développée pour surveiller à la fois la croissance et le processus chimique des biofilms *in situ* (Kang et al., 2006).
- Spectrométrie de Masse des Ions Secondaires par Temps de Vol (TOF SIMS : Time-Of-Flight Secondary Ion Mass Spectrometry) : Elle permet d'obtenir le spectre de masse des molécules présentes dans un biofilm après destruction de la surface.

Plusieurs techniques ont été mises en œuvre afin de visualiser, surveiller, analyser et caractériser les biofilms microbiens dans leur environnement. Cependant, chaque technique a ses avantages, ses spécificités mais aussi ses limites. De ce fait, la combinaison de différentes techniques à la fois permet une meilleure connaissance externe et interne du biofilm. (Lawrence et al., 2003) ont utilisé la Microscopie de Transmission des rayons X à Balayage, la Microscopie Confocale à Balayage Laser et la Microscopie Électronique à Transmission pour connaître aussi bien la structure et la composition du biofilm. (Beech et al., 2005) ont utilisé la Spectroscopie de Force Atomique (AFS) et les techniques de Spectrométrie de

REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

Masse (MS) pour comprendre le phénomène de la biocorrosion, en particulier, l'étape de l'adhésion cellulaire avec la formation de la matrice de SPE mais aussi pour visualiser et caractériser les biofilms. (Pradier et al., 2005) ont caractérisé la surface de trois souches bactériennes marines en combinant la Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier, la Spectroscopie de Photoélectrons induits par rayons X (XPS) et la Spectrométrie de Masse des Ions Secondaires par Temps de Vol (ToF SIMS) dans le but de comprendre la relation entre adhésion et composition chimique de la surface bactérienne et contrôler ainsi la formation des biofilms marins. Nous avons choisi, dans le cadre de cette thèse d'utiliser le Microscope Électronique à Balayage Environnemental comme outil afin d'élucider le phénomène de l'adhésion des spores fongiques à la surface du bois de cèdre et prévenir ainsi la formation du biofilm.

IV. Lutte contre les biofilms causant la biodégradation du bois de cèdre

Depuis l'année 2008, l'Équipe d'Ingénierie des Biofilms et Génie enzymatique du Laboratoire de Biotechnologie Microbienne et Molécules Bioactives de l'Université Sidi Mohamed Ben Abdellah (LBM2M-USMBA) sous la direction du Pr. Saad IBNSOUDA KORAICHI a lancé la recherche de nouvelles voies de lutte contre les biofilms causant la dégradation du bois de cèdre dans le cadre d'un projet (N°RS/2011/35) nommé « Valorisation des plantes médicinales et aromatiques: application comme agent antibiofilm pour la conservation du patrimoine marocain ». Ce projet a commencé avec comme objectif principal le développement de la recherche sectorielle mais aussi le développement d'un traitement écologique, respectueux pour l'environnement, à base de plantes aromatiques et médicinales pour prévenir la formation des biofilms entraînant la biodétérioration de notre patrimoine classé en 1981 comme patrimoine universel par l'UNESCO.

Pour contrer ce problème de dégradation du bois de cèdre, un ensemble de chercheurs ont travaillé sur l'isolement et l'identification des microorganismes destructeurs du bois à partir d'une ancienne maison située à Derb Lamti à l'ancienne Médina de Fès. En 2009, Zyani Mourad a trouvé des champignons appartenant aux genres *Penicillium* (*Penicillium crustosum*, *Penicillium granulatum*, *Penicillium commune*, *Penicillium chrysogenum* et *Penicillium expansum*), *Cladosporium* (*Cladosporium cladosporioides*) et *Thielavia* (*Thielavia hyalocarpa*) (Zyani et al., 2009). Des bactéries ont également fait partie des agents destructeurs du bois, elles ont été isolées et identifiées par Mortabit Dounia (Mortabit et al., 2014), il s'agit des bactéries de genre *Bacillus* (*Bacillus pumilis*, *Bacillus subtilis*, *Bacillus atrophaeus* et *Bacillus amyloliquefaciens*). Ces microorganismes ont montré une activité

REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

cellulotique importante avec un indice d'activité enzymatique relative supérieur à 1 (Mortabit et al., 2014; Zyani et al., 2009). La recherche des microorganismes destructeurs du bois a continué avec El Bergadi Fatima Zahra qui a pu isoler de nouveaux champignons (*Aspergillus niger*, *Penicillium griseoroseum*, *Penicillium italicum* et *Lewia infectoria*) et des bactéries du genre *Bacillus* responsables de la dégradation du bois de cèdre (El Bergadi et al., 2011). Elle a même isolé des espèces microbiennes responsables de la décomposition du papier en étudiant leurs activités enzymatiques (cellulolytique, amylolytique, pectinolytique et ligninolytique) (El Bergadi et al., 2016, 2014). Ces trois chercheurs ont suivi une approche microbiologique en étudiant l'activité antimicrobienne des extraits et des huiles essentielles contre les champignons isolés du bois de cèdre pourri (Tableau 2).

Tableau 2 : Les produits naturels et les champignons utilisés par les différents chercheurs du laboratoire de Biotechnologie Microbienne et Molécules Bioactives pour réaliser les tests d'activités antimicrobiennes.

Docteurs	Produits utilisés	Champignons étudiés	Référence
Zyani Mourad	L'huile essentielle de : <i>Origanum compactum</i> , <i>Eugenia caryophyllata</i> , <i>Ocimum basilicum</i> , <i>Thymus vulgaris</i> , <i>Melaleuca alternafolia</i> . Mélange d' <i>O.basilicum</i> et d' <i>O. compactum</i>	<i>T. hyalocarpa</i> <i>P. commune</i> <i>P. chrysogenum</i> <i>P. expansum</i> <i>C. cladosporioides</i>	(Zyani et al., 2011)
Mortabit Dounia	Extraits de souche de <i>Streptomyces</i>	<i>T. hyalocarpa</i> <i>P. commune</i> <i>P. chrysogenum</i> <i>P. expansum</i> <i>C. cladosporioides</i>	(Mortabit et al., 2015)
El Bergadi Fatima Zahra	Extraits de feuilles de <i>Lawsonia inermis</i>	<i>A. niger</i> <i>P. griseoroseum</i> <i>P. italicum</i> <i>L. infectoria</i>	(El Bergadi et al., 2015)
Barkai Hassan	Carvacrol	<i>P. expansum</i>	(Barkai et al., 2016a)
	β -ionone Carvone 1,8-Cineole	<i>A. niger</i>	(Barkai et al., 2017)
Sadiki Moulay	Extraits et huiles essentielles de <i>Myrtus communis</i> et <i>Thymus vulgaris</i>	<i>P. commune</i> <i>P. commune</i> <i>T. hyalocarpa</i> <i>B. safensis</i> <i>B. subtilis</i> <i>B. licheniformis</i>	(Sadiki, 2016; Sadiki et al., 2017a)

REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

La recherche au sujet de la protection du bois de cèdre a continué au fil des années avec d'autres chercheurs mais cette fois-ci en suivant une approche plutôt physicochimique afin de mieux comprendre le phénomène d'adhésion des microorganismes entraînant la dégradation du bois. Pour ce faire, il a fallu étudier et caractériser la surface du bois de cèdre aussi bien que celle des microorganismes déjà isolés. La caractérisation des surfaces a été réalisée par El Abed Soumya en utilisant l'appareil de l'angle de contact. Elle a évalué théoriquement le pouvoir des microorganismes isolés à s'attacher au bois de cèdre ainsi que d'autres variétés du bois employées pour la construction et a testé expérimentalement l'adhésion de quelques souches fongiques sur une surface non traité du bois de cèdre. Elle a aussi étudié l'influence du pH et de la rugosité sur l'adhésion des micro-organismes au bois de cèdre (El Abed et al., 2013, 2012a, 2012c, 2011c, 2010). La caractérisation de la surface du bois a révélé que le bois de cèdre présente un caractère hydrophobe avec un caractère plus donneur qu'accepteur d'électrons ; les souches testées expérimentalement ont toutes montré une capacité d'adhérence sauf la souche *P. chrysogenum* chose qui explique son élimination des recherches qui suivent. L'hydrophobicité et le caractère donneur d'électrons de la surface du bois de cèdre ont été influencés par la rugosité. Sur la gamme de rugosité étudiée, une rugosité variant entre 0,8 et 1 μm s'est avérée la plus adéquate pour garder les propriétés de surface initiales du bois de cèdre ce qui justifie le choix de cette gamme de rugosité dans notre étude.

Maintenant que les surfaces (microorganismes et bois) ont été caractérisées, le pouvoir adhésif des microorganismes a été évalué en tenant compte des paramètres influençant l'adhésion ; il a été nécessaire de passer à la phase du traitement. El Abed Soumya a initié la partie du traitement du bois de cèdre et a testé l'effet de la vapeur des composés majoritaires des huiles essentielles (en fonction du temps et de concentration) sur les propriétés physicochimiques du bois de cèdre et sur le comportement adhésif des champignons du bois. Les résultats ont montré que les propriétés de surface sont influencées par le volume ainsi que le temps de contact (le bois devient plus hydrophobe) et que plus la surface du bois est en contact avec la vapeur d'un composé majoritaire (carvacrol) moins est l'adhésion (cas de *P. expansum*) (El Abed, 2012).

Toujours dans le but de trouver un traitement « éco-friendly » capable d'immuniser le bois de cèdre des agents de dégradation et plus particulièrement des champignons ; deux chercheurs (Sadiki Moulay et Barkai Hassan) ont testé l'effet antiadhésif de différents produits naturels tout en essayant d'isoler de nouveaux microorganismes responsables de cette détérioration. Sadiki Moulay a essayé de trouver un traitement à base des extraits de plantes aromatiques et médicinales. La première chose qu'il a effectuée était de tester l'activité antimicrobienne des

REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

extraits bruts du *Myrtus communis* et *Thymus vulgaris* issus par deux modes d'extraction différentes (macération et ultrasons) contre trois champignons et trois bactéries du bois (Tableau 2), il a testé leurs effets sur la physicochimie du bois de cèdre et sur l'adhésion des spores de *Penicillium commune* PDLd". Sadiki Moulay s'est limité par la suite aux extraits issus par ultrasons puisqu'ils ont montré un meilleur pouvoir antiadhésif. Il a évalué l'impact des extraits fractionnés des deux plantes sur les propriétés de surface du bois de cèdre ainsi que leur pouvoir antiadhésif contre les spores de *Penicillium* et *Thielavia* (Tableau 3) (Sadiki, 2016; Sadiki et al., 2017b, 2015a, 2015b, 2014). Les extraits fractionnés des deux plantes ont montré une grande influence sur la physicochimie du bois et sur l'adhésion des champignons ; le bois de cèdre est devenu hydrophile avec une augmentation de son caractère donneur d'électrons ce qui a empêché l'adhésion des spores testés.

L'effet des extraits du *Thymus vulgaris* sur les propriétés de surface des spores de *Penicillium* et *Thielavia* a aussi été évalué (Sadiki et al., 2016). Sadiki Moulay a travaillé principalement avec des extraits de plantes mais aussi avec des huiles essentielles. Il a testé l'effet des huiles essentielles du *Myrtus communis* et *Thymus vulgaris* seules et en mélange contre deux bactéries destructrices du bois qu'il a lui-même isolées (Sadiki et al., 2017a). Par la suite, il a étudié l'influence de la vapeur des huiles essentielles des deux plantes sur la physicochimie du bois et sur l'adhésion de *P. commune* (PDLd"), *Bacillus subtilis* et *Bacillus safensis* en fonction du temps (Sadiki, 2016). Ce travail a fait objet d'un brevet nommé : Bio-formulation pour préservation du bois de cèdre. Cette bio-formulation a permis d'augmenter l'hydrophobicité du bois, le caractère donneur d'électrons a été légèrement augmenté (Sadiki et al., 2017c).

Barkai Hassan quant à lui a essayé un traitement à base de composés majoritaires. Pour ce faire, il a évalué le pouvoir antifongique des composés majoritaires des huiles essentielles ainsi que leurs effets sur la physicochimie du bois de cèdre et sur l'adhésion des champignons par un traitement direct (Barkai et al., 2017, 2016a, 2016c, 2015a). Le traitement direct avec les composés majoritaires des huiles essentielles a diminué le caractère hydrophobe du bois de cèdre contrairement au traitement avec la vapeur qui a augmenté l'hydrophobicité du bois. Le caractère donneur d'électrons a augmenté après traitement direct avec les différents composés majoritaires. En parallèle avec ces investigations pour trouver un traitement biologique au bois de cèdre, Barkai Hassan a réalisé un suivi dans le temps de l'influence de l'adhésion mono et multi-espèces sur les propriétés physicochimiques de surface du bois de cèdre (Barkai et al., 2015b, 2014). Le bois de cèdre a maintenu son caractère hydrophobe dans le temps avec une légère diminution dans les deux cas d'adhésion par contre le caractère

REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

donneur d'électrons a diminué suite à l'adhésion mono-espèce et a augmenté dans le cas contraire.

Barkai Hassan a testé l'effet de deux enzymes microbiens (cellulase et pectinase) sur les propriétés de surface du bois de cèdre en fonction du temps. Il a montré que plus la concentration de la cellulase est élevée plus le bois est hydrophile avec un caractère plus donneur qu'accepteur d'électrons (Barkai, 2017; Barkai et al., 2016b, 2016d).

Tableau 3 : Synthèse des résultats obtenus des travaux de préservation du bois de cèdre réalisés au sein du laboratoire de Biotechnologie Microbienne et Molécules Bioactives.

Docteurs	Produit utilisé		Hydrophobicité		Caractère donneur d'électrons	Souches utilisées	% d'adhésion	
			θ_w (°)	ΔG_{wi} (mJ/m ²)				
El Abed Soumya	Thymol	2h	79.00	NE	3.00	NE	NE	
		24h	130.0		7.80			
	Cinnémaldéhyde	2h	78.00	NE	11.00	NE		
		24h	100.0		9.00			
	Carvacrol	2h	87.00	NE	23.00	<i>P. expansum</i>		
		24h	138.0		1.00			
	Carvone	2h	70.00	NE	36.00	NE		
		24h	69.00		54.00			
Barkai Hassan	β -ionone		46.5	-7.52	27.52	<i>P. expansum</i>	21.84	
	1.8-cineol		39.9	8.35	36.31		9.34	
	Carvacrol		42.20	11.29	36.82			
	Carvone		39.80	-5.31	29.11			
Sadiki Moulay	<i>T. vulgaris</i>	Extrait brut		18.26	53.80	30.62	<i>P. commune</i> PDLd [®]	33
		Extrait fractionné	1*	17.10	46.51	61.40	<i>P. commune</i> PDLd [®] - <i>P. commune</i> PDLd ₁₀	8-1
			2*	10.70	35.36	56.40		8-8
			3*	31.10	24.64	46.00		15-4
	<i>M. communis</i>	Extrait brut		21.10	51.37	29.19	<i>P. commune</i> PDLd [®]	47
		Extrait fractionné	1*	37.70	16.79	40.47	<i>P. commune</i> PDLd [®] - <i>P. commune</i> PDLd ₁₀ - <i>T. hyalocarpa</i>	4-4-8
			2*	16.96	34.07	54.84		2-2-3
			3*	39.13	11.25	38.07		6-9-19

1* : Fraction d'acétate d'éthyle, 2* : Fraction méthanolique, 3* : Fraction d'hexane acétate d'éthyle.
NE : Non effectué.

La recherche des traitements de préservation du bois de cèdre à base de produits naturels ne s'est pas arrêtée à ce stade, mais a continué avec des traitements cette fois-ci plus écologiques de haute qualité environnementale faisant intervenir les huiles essentielles et les huiles végétales. L'effet de ces derniers sur les propriétés physicochimiques du bois de cèdre n'a jamais été investigué d'où l'objectif de ces travaux de thèse qui s'inscrivent dans la continuité des recherches menées dans cette thématique. Ainsi, nous avons choisi d'étudier

REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

principalement l'effet du traitement direct des huiles essentielles et végétales sur les propriétés de surface du bois et leur effet antiadhésif contre un ensemble de champignons de pourriture du bois de cèdre dans le but d'agir au stade embryonnaire de la formation d'un biofilm et empêcher son développement à la surface du bois de cèdre.

V. Place des molécules bioactives dans la lutte contre les biofilms

1. Les huiles essentielles

Une huile essentielle est définie comme suit : « un produit odorant, généralement d'une composition complexe, obtenu à partir d'une matière première végétale botaniquement définie, soit par entraînement à la vapeur d'eau, soit par distillation sèche ou par un procédé mécanique approprié sans chauffage. L'huile essentielle est séparée de la phase aqueuse par un procédé physique n'entraînant pas de changements importants de sa composition chimique », 7^{ème} édition de la pharmacopée européenne.

Considérées comme étant des mélanges complexes de composés volatils (El Asbahani et al., 2015), les huiles essentielles se ressemblent avec les huiles végétales uniquement par leur hydrophobicité ainsi que leur caractère lipophile. Ce sont des composés terpéniques (Binet and Brunel, 1968) dont le bloc constitutif de base est l'unité isoprène (C_5H_8)_n. Ainsi, une huile essentielle est constituée principalement des terpènes hydrocarbonés (isoprènes) englobant des monoterpènes ($C_{10}H_{16}$) formés de deux unités isoprènes et des sesquiterpènes ($C_{15}H_{24}$) formés de trois unités d'isoprènes sous différentes structures. Des terpénoïdes appelés isoprénoïdes sont parmi les constituants d'une huile essentielle. On trouve dans cette catégorie les dérivés oxygénés des terpènes hydrocarbonés (les monoterpènes et les sesquiterpènes oxygénés) comme les alcools, les aldéhydes, les cétones, les acides, les phénols, les éthers et les esters (Bakkali et al., 2008; Templeton, 1969). Cette classe de terpènes présente dans les huiles essentielles possède des propriétés insecticides importantes (Rossi et al., 2012); elle est considérée comme médicaments pour de nombreuses maladies comme le cancer (Ebada et al., 2010) et les maladies cardiaques (Liebgott et al., 2000).

Généralement, deux types de plantes sont derrière l'obtention des huiles essentielles, il s'agit des agrumes tels que le citron et les oranges et des plantes à parfums aromatiques et médicinales (PPAM). Ainsi, on peut extraire de l'huile essentielle de différents organes de la plante à savoir l'écorce (cannelle), le bois (cèdre de l'atlas), les semences (coriandre), les graines (cumin), les racines (gengembre) ou bien les feuilles (Géranium d'Egypte).

Différentes techniques ont été utilisées pour l'obtention des huiles essentielles dont les méthodes classiques comme l'expression ou le pressage à froid appliqué exclusivement aux

REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

zestes agrumes. Cette technique vise à abîmer les parois des sacs oléifères localisées dans la partie externe du mésocarpe qui se trouve juste sous l'épicarpe du fruit pour récupérer les huiles volatiles emmagasinées à ce niveau. L'huile est ensuite récupérée de l'émulsion aqueuse par centrifugation (Ferhat et al., 2007). Une autre technique traditionnelle, largement utilisée pour l'extraction des huiles essentielles appelée l'hydrodistillation. C'est la méthode que nous avons choisie pour extraire nos huiles essentielles. Elle consiste à porter à ébullition l'ensemble eau et matière végétale, cette dernière se gonfle sous l'action chimique de l'eau ainsi que la pression interne et entraîne une diffusion des composés volatiles à travers les parois cellulaires (hydrodiffusion). La vapeur d'eau chargée des composés volatiles passe ainsi par un condenseur dans lequel circule de l'eau froide aboutissant à un mélange non miscible d'eau et de l'huile essentielle qu'on peut séparer par décantation. L'entraînement à la vapeur d'eau est une technique qui a pratiquement le même principe que l'hydrodistillation avec absence du contact entre la matière végétale et l'eau, elle englobe la vapo-hydrodistillation et la vapo-distillation. La matière végétale dans le premier type est posée sur une grille qui la sépare de l'eau et la vapeur d'eau traverse l'alambic du bas vers le haut en transportent les matières volatiles. Dans le deuxième type « vapo-distillation », le flux de la vapeur est généré à l'extérieur de l'alambic de distillation contrairement au premier type, il est par la suite introduit dans la partie inférieure l'extracteur traversant ainsi la charge de matière végétale. Le pressage à froid, l'hydrodistillation et l'entraînement à la vapeur sont les principales techniques utilisées depuis très longtemps pour l'extraction des huiles essentielles. A ces trois techniques s'ajoute la méthode de l'extraction par solvant organique ; cette technique vise à faire macérer de la matière végétale dans un solvant organique qui va par la suite être éliminé sous pression réduite (El Asbahani et al., 2015). Au jour d'aujourd'hui, de nouvelles techniques ont été employées pour l'extraction des huiles essentielles telles que l'extraction au CO₂ supercritique, l'extraction assistée par micro-ondes et l'extraction assistée par ultrasons. Ces méthodes innovantes ont pour but de pallier aux problèmes rencontrés avec les anciennes méthodes comme le temps et la température de l'extraction supposés influencer la composition chimique des huiles essentielles.

Ces dernières années, les huiles essentielles sont devenues une importante référence pour remplacer les produits chimiques utilisés dans différents domaines notamment dans le domaine de la préservation des bois (Schultz and Nicholas, 2000). En effet, (Nicosia et al., 2013) ont testé l'effet répulsif de quelques composés majoritaires (seul et en mélange) ainsi que certains huiles essentielles telle que le bois de rose et le géranium contre une espèce d'insecte qu'on trouve dans les collections patrimoniales.

REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

La production des huiles essentielles et des extraits aromatiques au Maroc est estimée à 60 tonnes par an, issue majoritairement des plantes aromatiques et médicinales (PAM) spontanées et destinée aux industries pharmaceutiques, cosmétiques, parfumerie et aux industries agro-alimentaires (HCEFLCD, 2015, 2008). Le romarin (*Rosmarinus officinalis*), le cèdre de l'Atlas (*Cedrus atlantica*) et la menthe pouliot (*Mentha pulegium L.*) sont parmi les plantes utilisées à l'échelle nationale pour la production des huiles essentielles et extraits aromatiques. D'autres plantes sont aussi utilisées comme l'armoise (*Artemisia herba-alba.*), le myrte (*Myrtus communis*), le thym de Terguiste ou thym à thymol (*Origanum elongatum*), le thym doux du Maroc ou thym à bornéol (*Thymus satureoides*), le laurier sauce (*Laurus nobilis*), l'origan du Maroc (*Origanum compactum*), la mousse de chêne (*Evernia prunastri*), la mousse de cèdre (*Evernia furfuracea*) et la camomille sauvage du Maroc (*Ormenis mixta*) (HCEFLCD, 2008).

Dans le cadre de cette thèse, nous avons sélectionné le romarin (*Rosmarinus officinalis*), le cèdre de l'Atlas (*Cedrus atlantica*) et la menthe pouliot (*Mentha pulegium L.*) pour la simple raison qu'elles sont destinées pour la production des huiles essentielles au Maroc mais aussi parce que leurs huiles essentielles ont montré des activités biologiques intéressantes contre une large gamme de microorganismes. De plus leur effet antiadhésif n'est toujours pas étudié. Nous avons choisi de tester une autre huile essentielle originaire de l'Union des Comores, il s'agit de l'huile essentielle de *Cananga odorata*. Elle représente la principale source de revenus de l'Union des Comores avec 7 913 000 USD en 2008 (environ 75 millions de Dirhams) suivie de l'huile essentielle du clou de girofle et de la vanille avec des revenus de 5 530 000 USD et 2 489 000 USD respectivement. Malheureusement, cette huile essentielle jugée d'une grande importance économique est trop peu étudiée, elle est essentiellement employée dans la parfumerie d'où notre intérêt d'étudier ses propriétés antimicrobiennes et antiadhésives. Le Tableau 4 présente une brève synthèse des travaux réalisés sur les huiles essentielles que nous avons testés pour le traitement du bois de cèdre.

REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

Tableau 4 : Synthèse des activités antimicrobiennes étudiées des huiles essentielles utilisées.

Huiles essentielles	Microorganisme	CMI ($\mu\text{L}/\text{mL}$)	CMB ($\mu\text{L}/\text{mL}$)	Référence
<i>M. pulegium</i>	<i>B. subtilis</i>	1	8	(Cherrat et al., 2014)
	<i>Enterococcus faecium</i>	<0.5	0.5	(Ait-Ouazzou et al., 2012)
	<i>Bacillus cereus</i>	0.62	>0.5	(Hajlaoui et al., 2009)
	<i>Enterococcus faecalis</i>	2.5	0.312	
<i>R. officinalis</i>	<i>Escherichia coli</i> ATCC 10536	2.5	5	(Zaouali et al., 2010)
	<i>Klebsiella pneumoniae</i> ATCC 10031	2.5	5	
<i>C. atlantica</i>	<i>Escherichia coli</i>	0.4	-	(Zrira and Ghanmi, 2016)
	<i>Bacillus cereus</i>	0.4	-	
	<i>Bacillus subtilis</i>	0.2	-	
	<i>Enterococcus faecalis</i>	1.31	-	(Derwich et al., 2010)
	<i>Pseudomonas aeruginosa,</i>	0.98	-	
<i>C. odorata</i>	<i>Staphylococcus aureus</i>	2.25	-	(Chalchat et al., 1997)
	<i>Klebsiella pneumoniae</i>	1.15	-	
	<i>Candida albicans</i>	4	-	

2. Les huiles végétales

Considérées comme ressources naturelles, les huiles végétales sont des produits n'ayant aucun effet toxique sur l'environnement, elles sont non-volatiles et disponibles sur le marché avec des prix bas (Alam et al., 2014) d'où leur choix comme agent de protection pour le bois de cèdre. Ainsi, nous avons sélectionné en premier temps cinq huiles végétales pour évaluer leur effet antiadhésif contre les champignons destructeurs du bois de cèdre. Il s'agit de l'huile de tournesol, l'huile de colza, l'huile de lin, l'huile d'olive et l'huile d'argan dont la composition chimique est mentionnée dans le Tableau 5.

REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

Tableau 5 : Composition chimique des différentes huiles végétales.

Valeurs moyennes (g/100g)	Huile de tournesol	Huile de colza	Huile de lin	Huile d'olive	Huile d'argan
Acide gras saturé	10,9	7,26	9,4	11,9	17,6
Acide gras monoinsaturé	30,8	59,7	20,2	75,2	44,8
dont Acide oléique	29,4	55,2		71	43,8
Acide gras polyinsaturé	54,5	26,9	66	7,39	33,3
dont Acide linoléique	54,4	19,4		6,75	33
dont Acide α -linoléique	0,075	7,54		0,64	0,13
Référence	*	*	**	*	*

*("Table Ciqual de composition nutritionnelle des aliments, ANSES, Agence Nationale de Sécurité Sanitaire Alimentation, Environnement, Travail. <https://ciqual.anses.fr/>," 2011)

**("USDA Food Composition Databases. United States Department of Agriculture, Agricultural Research Service. <https://ndb.nal.usda.gov/ndb/>," 2014)

Un nombre limité d'études sur l'utilisation des huiles végétales comme agents protecteurs ainsi que leur effet sur les propriétés de surface du bois a été effectué. (Mišljenović et al., 2015) ont démontré que l'addition de 2,2% et 5,8% de l'huile végétale usée a maintenu le caractère hydrophobe des pellets du bois avec des valeurs d'angle de contact de $100,2 \pm 2^\circ$ et $98,5 \pm 2,4^\circ$ respectivement. (Humar and Lesar, 2013) ont montré que le bois d'épicéa et le bois de hêtre traités avec l'huile de lin et l'huile de bois de Chine appelée « huile d'abrasin » résistent mieux aux champignons responsables de la dégradation du bois. L'absorption d'eau a aussi été remarquée après traitement avec les deux huiles végétales testées. Une autre étude a été effectuée pour éclaircir la nature des réactions chimiques ayant lieu entre le bois et les huiles végétales (Pagès et al., 2012).

VI. Choix dans le cadre de la thèse

1. Le bois

Utilisé pour la construction des monuments historiques des grandes villes du Maroc, le bois de cèdre est un matériau particulièrement sensible à son environnement. Ainsi, les conditions humides créent un environnement très propice à la croissance de divers agents de dégradation tels que les champignons, les bactéries et les insectes. Sa composition chimique riche en cellulose et en lignine favorise aussi le développement de ces agents dégradations.

Aujourd'hui, les monuments historiques et culturels du Maroc et particulièrement celles de l'ancienne Médina de Fès connaissent une dégradation et une biodétérioration considérable. Ainsi, la recherche et la mise en place de stratégies de protection de ces monuments à base du bois de cèdre est devenue primordiale afin de préserver notre richesse culturelle et la garder

REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

en vie. C'est dans cet objectif que nous avons choisi de travailler sur le bois de cèdre en particulier. La recherche et le développement d'un traitement écologique porteront une grande valeur pour prévenir la dégradation et la perte de notre patrimoine culturel.

Le bois de cèdre est la variété du bois sur laquelle repose notre travail de thèse, cinq autres essences du bois ont fait l'objet d'une brève partie de ce travail. Il s'agit du hêtre (*Fagus sylvatica*), du didetou (*Lovoa trichilioides*), du chêne (*Quercus robur*), de l'acajou (*Khaya ivorensis*) et du pin (*Pinus sylvestris*), des essences les plus utilisées pour la construction au Maroc.

2. Les plantes étudiées

Depuis la plus haute antiquité, les plantes aromatiques et médicinales ont accompagné l'homme partout dans le monde pour des fins culinaires, cosmétiques, pour la fabrication des parfums mais surtout pour des fins thérapeutiques. Le Maroc, de par sa situation géographique et son climat méditerranéen favorise le développement d'une flore importante et diversifiée qui compte environ 4200 espèces dont 600 sont qualifiées d'usage aromatique et médicinale. Parmi les zones les plus riches en plantes aromatiques et médicinales (PAM), on trouve le Haut Atlas, l'Anti-Atlas, les plateaux de l'Oriental et le Rif où certaines sont spontanées comme le romarin, le thym, la lavande, etc... et d'autres sont cultivées comme la menthe. Cette richesse fait que le Maroc est classé douzième exportateur mondial des PAM, la valeur et le volume de ces exportations vers l'Union européenne, le Japon et le Canada ont connus des progressions importantes ces dernières années. Le romarin et le thym sont à la tête des PAM exportées avec un pourcentage de 63% et 24% respectivement. Seul 13% des espèces ayant des vertus aromatiques et médicinales sont actuellement exploitées. De ce fait, et dans le but de valoriser les plantes aromatiques et médicinales s'inscrit le cadre de cette thèse. En effet, l'objectif de ce travail est d'exploiter ces ressources naturelles aux propriétés antiadhésives pour préserver notre patrimoine culturel. Pour ce faire, il a été nécessaire de faire une sélection des PAM que nous allons utiliser. Il s'agit de *Mentha pulegium* L., du *Rosmarinus officinalis* L. et du *Cedrus atlantica* L. Ces derniers ont montré un pouvoir antimicrobien intéressant avec une activité antiadhésive peu ou pas connue, ils sont aussi disponibles sur le marché marocain d'où leur choix pour mener ce travail.

Une autre plante a fait l'objet de nos travaux de recherche est *Cananga odorata* L. originaire des îles de Comores. Nous avons choisi d'étudier cette plante parce qu'elle n'est pas exploitée, à l'inverse des trois plantes citées précédemment (ses propriétés antimicrobiennes sont trop peu étudiées).

REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

2.1. *Mentha pulegium* L.

Connue sous le nom de « menthe pouliot », *Mentha pulegium* L. (Synonyme : *Pulegium* vulgare Mill.) est une plante vivace, herbacée appartenant à la famille des *Lamiacées*. Elle est ré pondue en Amérique, Asie Mineure et en Europe dans des climats plutôt humides (Chevallier, 2001). Au Maroc, *Mentha pulegium* L., appelée *Fliou*, pousse particulièrement entre les régions de Marrakech et Azrou et atteint une hauteur de 10 à 50 cm. Elle se remarque par ses tiges dressées ou étalées-ascendantes, ses petites feuilles courtement pétiolées, ovales ou oblongues, obtuses ou subaiguës, denticulées ou presque entières et ses fleurs rosées ou lilacées apparaissant entre juillet et octobre ; elles sont en verticilles nombreux, tous axillaires, écartés, multiflores et très compacts.

- Classification botanique de *Mentha pulegium* L. :

Règne : *Plantae*

Sous règne : *Tracheobionta*

Division : *Magnoliophyta*

Classe : *Magnoliopsida*

Sous classe : *Astériidae*

Ordre : *Lamiales*

Famille : *Lamiaceae*

Genre : *Mentha*

Espèce : *Mentha pulegium*



Figure 9 : Plante de *Mentha pulegium*. L.

2.2. *Rosmarinus officinalis* L.

Connu sous le nom de « Iklil Aljabal - Azir », *Rosmarinus officinalis* est un arbrisseau très ramifié de couleur verte appartenant à la famille des *Lamiaceae*. Il pousse naturellement dans le sud de l'Europe (Chevallier, 2001) et peut atteindre cinquante centimètres à deux mètres de hauteur. Cultivé partout dans le monde notamment dans les régions tempérées (McVicar, 2010). Au Maroc, on le trouve dans le Rif, le Moyen et le Haut Atlas ainsi que les hauts plateaux de l'Oriental. Il se remarque par ses tiges ligneuses couvertes d'une écorce grisâtre, ses feuilles persistantes, coriaces, sessiles, linéaires, entières, enroulées par les bords, vertes et chagrinées en dessus et blanches-tomenteuses en dessous. Ses fleurs assemblées en grappes d'un bleu pâle à violacées sont visibles toute l'année et principalement au printemps.

REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

- Classification botanique du *Rosmarinus officinalis* L. :

Règne : *Plantae*

Sous règne : *Viridaeplantae*

Division : *Magnoliophyta*

Classe : *Magnoliopsida*

Sous classe : *Asteridae*

Ordre : *Lamiales*

Famille : *Lamiaceae*

Genre : *Rosmarinus*

Espèce : *Rosmarinus officinalis*



Figure 10 : Arbrisseau du *Rosmarinus officinalis* L.

2.3. *Cedrus atlantica* L.

Cedrus atlantica ou cèdre de l'Atlas est une espèce d'arbres conifères, monoïque appartenant à la famille des *Pinaceae*. Cet arbre endémique d'Afrique du Nord, dont les montagnes d'Atlas du Maroc, peut atteindre plus de 40 m de hauteur. Connu par sa longévité qui dépasse les 1200 ans et son port tabulaire magistral à l'âge adulte. Il se remarque par son écorce épaisse et rugueuse de couleur noir, ses branches tenant de multiples petits rameaux horizontales, ses feuilles formées de 30 à 40 aiguilles mesurant 1 à 2 cm de longueur, vertes et rigides ainsi que ses cônes écaillés et résineux développés en automne (M'hirit and Benzyane, 2006).

- Classification botanique du *Cedrus atlantica* L. :

Règne : *Plantae*

Sous règne : *Viridaeplantae*

Division : *Pinophyta*

Classe : *Equisetopsida*

Sous-classe : *Pinidae*

Ordre : *Pinales*

Famille : *Pinaceae*

Genre : *Cedrus*

Espèce : *Cedrus atlantica*



Figure 11 : Arbre de *Cedrus atlantica* L.

REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

2.4. *Cananga odorata* L.

Connue sous le nom d'Ylang-Ylang, *Cananga odorata* L. (Synonyme : *Canangiwn odoratum*) est un arbre appartenant à la famille des *Annonacées*. Il pousse en abondance en Indonésie (Moluques) et atteint une hauteur de 25 mètres (Chevallier, 2001). Au jour d'aujourd'hui, cet arbre est cultivé en Colombie, en Indochine, au Costa Rica, aux Philippines, en Côte d'Ivoire et en îles de l'Océan indien incluant Madagascar, Mayotte et l'Union des Comores (producteur n°1 à l'échelle mondiale) (Florence, 2004; Manner and Elevitch, 2006). Il se remarque par son écorce relativement grise et lisse, ses branches perpendiculaires au tronc sur lesquelles sont disposées ses feuilles. Ces dernières sont alternes, entières, astipulées, elliptiques à oblongues, d'un vert vif et de plus de 20 cm de longueur. Ses fleurs fortement parfumées, de couleur verte à jaune clair sont formées de six pétales disposés sur deux verticilles. La floraison de *Cananga odorata* L. s'étale toute l'année mais elle est abondante à partir du mois de Mars jusqu'au mois d'Octobre. Ses fruits non comestibles ainsi développés regroupent plusieurs graines, ils sont charnus, oblongs ou pyriformes, ovoïdes et de couleur vert-noir (Benini et al., 2010; Florence, 2004; Manner and Elevitch, 2006).

- Classification botanique de *Cananga odorata* L. :

Règne : *Plantae*

Sous règne : *Tracheobionta*

Division : *Magnoliophytes*

Classe : *Magnoliopsida*

Sous-classe : *Magnoliidae*

Ordre : *Magnoliales*

Famille : *Annonaceae*

Genre : *Cananga*

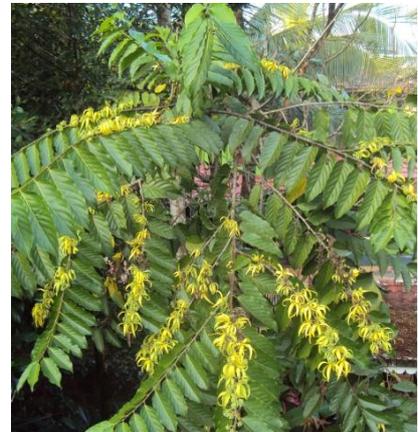


Figure 12 : Arbre de *Cananga odorata* L.

REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

3. Les souches

Durant cette thèse, nous nous sommes intéressés uniquement aux champignons entraînant une dégradation et une biodéterioration du bois de cèdre afin de pallier aux dégâts causés par ces agents, de grand risque, sur notre patrimoine culturel. Les champignons utilisés ont été isolés par des chercheurs qui ont travaillé sur la même thématique à partir du bois de cèdre pourri provenant d'une ancienne maison située à Derb Lamti à l'ancienne Médina de Fès. Ils ont été par la suite identifiés dans notre laboratoire (le séquençage a été réalisé à la cité de l'innovation de Fès). Il s'agit de *Pencillium commune* (PDLd¹¹), *Pencillium commune* (PDLd₁₀), *Pencillium crustosum* et *Thielavia hyalocarpa* isolés par Zyani (Zyani et al., 2009) ainsi qu'*Aspergillus niger* isolé par El Bergadi (El Bergadi et al., 2011). Ces derniers possèdent des enzymes capables de dégrader les substances macromoléculaires du bois pour assurer leur développement entraînant ainsi l'endommagement du bois.

L'objectif principal de ce travail de recherche était de développer une formulation écologique à base de produits naturels pour prévenir et empêcher la dégradation du bois de cèdre causée par les champignons. Cependant, une évaluation de l'activité à la fois antibactérienne et antifongique des produits naturels sélectionnés a été nécessaire. De ce fait, nous avons étudié l'activité antifongique des huiles sélectionnées contre les cinq champignons cités précédemment. L'activité antimicrobienne de ces derniers a également été testée contre deux bactéries isolées par Sadiki (Sadiki et al., 2017a) à partir d'une porte et une fenêtre de la même maison où les champignons ont été isolés. Il s'agit de deux bactéries Gram positif : *Bacillus safensis* et *Bacillus subtilis*.

Deuxième partie : Matériel et méthodes

MATÉRIEL ET MÉTHODES

I. Huiles essentielles et végétales étudiées

1. Huiles végétales

Nous nous sommes intéressés dans cette étude à cinq huiles végétales, dont l'huile de tournesol, l'huile de colza, l'huile de lin, l'huile d'olive et l'huile d'argan. Ces huiles nous ont été fournies par des commerçants. Quelques caractéristiques de ces huiles sont résumées dans les Tableaux 6 et 7. Avant leur utilisation, ces huiles sont conservées à température ambiante ($25 \pm 2^\circ\text{C}$) à l'abri de lumière et de la chaleur.

Tableau 6 : Fournisseurs des différentes huiles végétales.

Huile	Tournesol	Colza	Lin	Olive	Argan
Fabriquant	Lesieur cristal, Maroc	EMB53215B, France	Atlas, Maroc	Lesieur cristal, Maroc	Moroccan Organic, Maroc
Marque	HUILOR	Carrefour	-	الحرّة	ARGAPUR

Tableau 7 : Valeurs moyennes des teneurs en acides gras pour les huiles végétales étudiées.

Valeurs moyennes (g/100g)	Huile de tournesol	Huile de colza	Huile d'olive	Huile d'argan
Acide gras saturé	11,3	7	16,8	18
Acide gras monoinsaturé	27	57	71	45
Acide gras polyinsaturé	61,3	28	12,7	37

2. Huiles essentielles

2.1. Plantes aromatiques

Pour les huiles essentielles, le choix a été porté sur les huiles de quatre plantes aromatiques et médicinales, dont trois espèces Marocaines et une espèce Comorienne. Il s'agit respectivement de *Mentha pulegium*, *Rosmarinus officinalis*, *Cedrus atlantica* et *Cananga odorata*. Le Tableau 8 résume les données concernant leur récolte.

MATÉRIEL ET MÉTHODES

Tableau 8 : Plantes étudiées et leurs sites géographiques.

Nom scientifique	Nom vernaculaire	Origine	Région	Période de la récolte
<i>Mentha pulegium</i>	Menthe pouliot	Maroc	Sefrou	Mars-Avril 2015
<i>Rosmarinus officinalis</i>	Romarin	Maroc	Sefrou	
<i>Cedrus atlantica</i>	Cèdre de l'Atlas	Maroc	Azrou	
<i>Cananga odorata</i>	Ylang-Ylang	Iles des Comores		

2.2. Extraction des huiles essentielles

Pour la préparation des huiles essentielles, les feuilles de *M. pulegium* et *R. officinalis*, le bois de *C. atlantica* et les fleurs de *C. odorata* ont été soumis à une hydrodistillation dans un appareil de type Clevenger (Clevenger, 1928). Ainsi, 200 g du matériel végétal sec ont été mis dans 1 L d'eau distillée et l'ensemble a été porté à ébullition pendant 3 h, à l'exception de *C. atlantica* pour laquelle la durée d'extraction s'est étendue à 10 h. Les traces d'eau contenues dans les huiles essentielles obtenues ont été éliminées en utilisant le sulfate de sodium anhydre Na₂SO₄. Les huiles essentielles sont conservées à l'abri de la lumière à 4°C.

2.3. Caractérisation chimique des huiles essentielles

La composition chimique des huiles essentielles testées a été déterminée par chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (CG-SM). Les analyses ont été effectuées à l'aide d'un chromatographe en phase gazeuse Trace GC Ultra, équipé d'une colonne capillaire apolaire TR-5 de 60m de longueur avec un diamètre intérieur de 0,32mm et une épaisseur du film de 0,25 µm et couplée à un détecteur de masse MS Quadrupole. L'hélium a été utilisé comme gaz vecteur à 1,2 mL par minute. La température du four a été maintenue à 300°C et les conditions de réglage étaient comme suivantes : Température initiale de 40°C pendant 2 minutes, avec une augmentation de 5°C par minute jusqu'à une température de 280°C. Cette température a été maintenue pendant 10 minutes. Le mode d'injection utilisé "split" avec un rapport de fuite de 10:1 et une température d'injection de 220°C. L'énergie d'ionisation était de 70 eV. Les indices de rétention (IR) ont été calculés en utilisant une série homologue de n-alcanes de C8 à C18 (Sigma-Aldrich, St Louis, MO). Les composés ont été identifiés en comparant leurs spectres de masse et leurs Indices de Rétention

MATÉRIEL ET MÉTHODES

(IR) avec ceux des composants principaux, à partir de la littérature et de la bibliothèque du NIST (National Institute of Standards and Technology).

2.4. Etude de l'activité antimicrobienne

2.4.1. Préparation de l'inoculum

La revivification des microorganismes à partir des cultures conservées à -18°C dans 20% du glycérol, a été réalisée par repiquage sur des géloses solides : Les bactéries (*Bacillus safensis* et *Bacillus subtilis*) sur la gélose Luria-Bertani (LB) sont incubées à 37°C pendant 24 h et les champignons (*Pencillium commune* (PDLd^{''}), *Pencillium commune* (PDLd₁₀), *Pencillium crustosum*, *Thielavia hyalocarpa* et *Aspergillus niger*) sur la gélose à Extrait de malt (EM) sont incubés à 25°C pendant 10 jours.

Après revivification des cultures bactériennes, 2 à 3 colonies sont mises en suspension dans des tubes à essai contenant 9 mL de l'eau physiologique (0,9% de NaCl) stérile. La concentration de ces suspensions a été ajustée à 0,5 McFarland, qui correspond approximativement à 10⁸ UFC/mL (CLSI, 2012a).

Pour l'inoculum fongique, une solution d'eau physiologique stérile additionnée du Diméthylsulfoxyde (DMSO) à 1% (v/v) est utilisée pour récolter les spores à partir d'une culture fongique de 10 jours. Ces suspensions ont subi un lavage par deux centrifugations successives à 7 000 tr/min pendant 15 min. Les culots ainsi récupérés ont été remis en suspension dans 10 mL d'eau physiologique stérile à 1% du DMSO, avant d'ajuster leur concentration désirée (selon le test) par comptage des spores sous microscope optique à l'aide de la cellule de Malassez (CLSI, 2008)

2.4.2. Méthode de diffusion sur disques

L'évaluation qualitative de l'activité antibactérienne des quatre huiles essentielles a été réalisée en utilisant la méthode de diffusion sur disque (CLSI, 2012a, 2004). Pour ce faire, un volume de 100 µL de l'inoculum bactérien préalablement préparé de *B. safensis* et *B. subtilis* a été étalé sur des boîtes de Pétri contenant la gélose LB stérile. Par la suite, des disques de papier Whatman de 6 mm de diamètre ont été déposés et imbibés de 10 µL de chacune des huiles essentielles (Gautam et al., 2007). Les boîtes ont été par la suite incubées à 37°C pendant 24 h. Une activité bactérienne se traduit par l'apparition d'un halo translucide autour du disque impliquant ainsi l'inhibition de la croissance microbienne.

MATÉRIEL ET MÉTHODES

2.4.3. Méthode de diffusion sur des puits

Cette méthode a été utilisée pour évaluer l'activité antifongique des huiles essentielles et se base sur le même principe de la méthode de diffusion sur disques (Magaldi et al., 2004; Valgas et al., 2007). En effet, 100 µL de l'inoculum fongique préalablement préparé et ajusté à une concentration de 10^6 spores/mL ont été étalés sur des boîtes de Pétri contenant un milieu EM gélosé stérile. Après séchage de la surface gélosée, des puits de 6 mm de diamètre ont été creusés et remplis de 50 µL de l'huile essentielle. Les boîtes ont été incubées à 25°C pendant 72 h. Les huiles essentielles diffusent vers la gélose à travers les puits entraînant l'apparition d'une zone d'inhibition de croissance autour du puits (Magaldi et al., 2004).

2.4.4. Détermination de la concentration minimale inhibitrice (CMI) et la concentration minimale bactéricide et fongicide (CMB/CMF)

2.4.4.1. Préparation des solutions mères et des inocula microbiens

Les huiles essentielles ont été dissoutes dans le milieu de culture liquide approprié au test effectué supplémenté de l'agar à 0,15 % (p/v) (milieu Mueller Hinton (MH) pour les bactéries et du milieu EM pour les champignons). Pour chaque huile essentielle, un volume de 1 mL a été préparé à une concentration de 16 % (v/v) pour *M. pulegium*, *R. officinalis* et *C. atlantica*, et 8% (v/v) pour *C. odorata*.

Pour la détermination de la CMI, des inocula microbiens dans le milieu de culture approprié à chaque test ont été préparés. Ainsi, l'inoculum bactérien ajusté à 0.5 McFarland a subi une dilution dans le milieu MH supplémenté de 0,15 % d'agar pour avoir une concentration finale de $2 \cdot 10^6$ UFC/mL. De même, la suspension de spores fongiques préparée dans l'eau physiologique et ajusté à 10^6 spore/mL a subi une dilution dans le milieu EM supplémenté de 0,15 % d'agar pour avoir une concentration finale de 2×10^4 spore/mL.

2.4.4.2. Technique de microdilution

La concentration minimale inhibitrice (CMI) correspond à la plus faible concentration de l'agent testé inhibant totalement la croissance microbienne (Lancini et al., 1993). La CMI de nos huiles essentielles a été déterminée en utilisant la méthode de microdilution dans une microplaque à 96 puits (Bouhdid et al., 2009; Tian et al., 2014), avec quelques modifications. Les milieux MH et EM à 0.15% p/v d'agar ont été utilisés pour évaluer l'activité antibactérienne et antifongique respectivement. En effet, 50 µL du milieu de culture approprié au test ont été introduits du 2^{ème} au 12^{ème} puits. Ensuite, 50 µL de la solution mère de l'huile essentielle ont été introduits au 1^{er} et 2^{ème} puits. Une série de dilutions de facteur de 2 a été

MATÉRIEL ET MÉTHODES

réalisée par la suite du 2^{ème} jusqu'au 11^{ème} puits, le 12^{ème} puits est considéré comme contrôle positif de la croissance. À la fin, l'inoculation est faite en ajoutant 50 µL de la suspension bactérienne/spores à chaque puits. Le volume final dans chaque puits est de 100 µL et la concentration finale des huiles essentielles est comprise entre 8-0,00781 % (v/v) pour *M. pulegium*, *R. officinalis* et *C. atlantica*, et entre 4-0,0081% (v/v) pour *C. odorata*. Le puits n°12, comme étant un témoin positif de croissance, ne contient pas l'huile essentielle. Les microplaques ainsi préparées ont été incubées à 37°C pendant 20 h pour les bactéries et pendant 48 heures à 25°C pour les champignons. Une incubation supplémentaire durant 2 h à 37°C a été réalisée après addition de 5 µL du révélateur de croissance, la résazurine (Bouhdid et al., 2009). La croissance bactérienne est responsable de la réduction de la résazurine (bleue) en résorufine (rose). Pour les champignons, la CMI des huiles essentielles a été déterminée à l'œil nu.

La concentration minimale bactéricide/fongicide (CMB/CMF) est la plus faible concentration de l'agent qui tue 99,99% de l'inoculum microbien initial. Elle a été déterminée en déposant un spot de 5 µL, à partir des puits qui ont montré une croissance négative, sur des boîtes de Pétri contenant du milieu LB et EM gélosé pour les bactéries et les champignons respectivement. Les boîtes de Pétri ont été incubées pendant 24 heures à 37°C pour les bactéries et pendant 72 heures à 25°C pour les champignons. La CMB/CMF est lue comme étant la plus faible concentration de l'huile essentielle qui ne permet aucune croissance visible à l'œil nu dans ces conditions opératoires.

II. Caractérisation physicochimique des surfaces

1. Caractérisation physicochimique du bois

1.1. Préparation et prétraitements des échantillons du bois

Le bois de cèdre que nous avons choisi pour conduire ces travaux de thèse, nous a été fourni par un artisan menuisier à Fès. Le bois a été découpé en petit morceaux de 3 cm de longueur, 1 cm de largeur et 0,4 cm d'épaisseur et a subi un polissage préliminaire à l'aide d'une polisseuse. Une fois au laboratoire, les morceaux de bois de cèdre ont été soumis minutieusement à un deuxième polissage en utilisant des papiers abrasifs de rugosité décroissante : 600, 1200, 1500 et 2000 pour leur conférer une rugosité moyenne de 0,8 à 1 µm. La mesure de la rugosité des morceaux polis a été effectuée à l'aide d'un rugosimètre (Mitutoyo SJ-30), au sein du Laboratoire productique, des énergies et de développement durable à l'École Supérieure de Technologie de Fès. L'état de la surface des morceaux du bois (le changement d'épaisseur) est identifié par le rugosimètre en utilisant un palpeur qui

MATÉRIEL ET MÉTHODES

traverse la totalité de la surface et analyse les mouvements verticaux correspondant aux irrégularités. La rugosité d'une surface est déterminée par la mesure d'un certain nombre de paramètres, dont l'écart moyen arithmétique (Ra) fréquemment utilisé. Cet écart moyen arithmétique a été mesuré sur trois zones de la même surface d'un morceau du bois. La moyenne de ces mesures pour tous les échantillons utilisés était entre 0,8 et 1 μm , et ceux qui ne respectaient pas ces valeurs ont été écartés de l'étude. Les morceaux de bois polis ont été lavés 6 fois avec de l'eau distillée pour éliminer toute sorte de poussière due au polissage ainsi que d'autres facteurs qui peuvent modifier la physicochimie initiale des échantillons et par conséquent influencer les résultats. Après lavage, les morceaux ont été séchés à l'étuve et stérilisés par autoclavage à 120°C pendant 15 min.

Comme nous l'avons cité dans la partie bibliographique (Section VI.1. Le bois, page 42), cinq autres essences du bois (le hêtre, le dibetou, le chêne, l'acajou et le pin) ont fait l'objet d'une brève partie de ce travail. Leur préparation a été faite de la même manière que celle utilisée pour le bois de cèdre.

1.2. Traitement de surface du bois par des huiles végétales, des huiles essentielles et des acides gras

1.2.1. Traitement par des huiles végétales

Un volume de 20 μL de l'huile végétale pure a été déposé directement à la surface du bois de cèdre préparé auparavant. Les morceaux de bois imbibés sont laissés à température ambiante ($25 \pm 2^\circ\text{C}$) pendant 1 h pour garantir une meilleure absorption de l'huile à la surface du bois. Les échantillons du bois traités et séchés ont été analysés par la suite en effectuant des mesures d'angle de contact dans le but d'évaluer l'effet de chaque huile végétale sur les propriétés physicochimiques du bois de cèdre. Les expériences ont été menées en double.

1.2.2. Traitement par des acides gras

Le traitement du bois de cèdre par des acides gras purs a été effectué de la même façon que les huiles végétales. Il s'agit de l'acide oléique et l'acide linoléique composés majoritaires des huiles végétales étudiées.

1.2.3. Traitement par des huiles essentielles

1.2.3.1. Traitement par application directe à la surface

L'effet des huiles essentielles sur les propriétés physicochimiques du bois de cèdre a été réalisé en appliquant 20 μL de chaque huile essentielle pure directement à la surface du

MATÉRIEL ET MÉTHODES

morceau de bois. Les échantillons traités sont laissés à température ambiante ($25 \pm 2^\circ\text{C}$) pendant 15 min. Le temps nécessaire pour assurer une bonne absorption de l'huile essentielle testée ainsi qu'un bon séchage du bois a été estimé à 15 min. Les mesures de l'angle de contact ont été réalisées pour évaluer l'effet des huiles essentielles sur la physicochimie du bois de cèdre. Nous avons évalué l'effet des huiles essentielles sur les propriétés de surface du bois de cèdre ainsi que cinq autres essences de bois. Pour les autres variétés du bois, nous avons appliqué le même protocole cité en haut.

1.2.3.2. Traitement par vaporisation de l'huile essentielle

Nous avons évalué l'effet de l'huile essentielle de *M. pulgeium* et du *R. officinalis* à l'état gazeux sur la physicochimie de la surface du bois de cèdre. Pour ce faire, les morceaux de bois ont été mis dans des boîtes de Pétri, un disque de papier Whatman de 30 mm de diamètre a été fixé sur le couvercle de chaque boîte puis imbibé avec 30 μL de l'huile essentielle. Les boîtes ont été ensuite scellées immédiatement avec du para film et laissées pendant 10 h à température ambiante (25°C). Ensuite, les propriétés physicochimiques de la surface des morceaux de bois ont été évaluées par la méthode de l'angle de contact.

1.3. Angle de contact

1.3.1. Principe

Nous avons utilisé la méthode de l'angle de contact pour caractériser la surface du bois de cèdre ainsi que celle des microorganismes. Cette technique permet d'évaluer de façon simple, rapide et exacte la mouillabilité d'une surface (la capacité d'une goutte à s'étaler sur une surface), en déposant une goutte d'un liquide de propriétés connues et en mesurant l'angle formé par la tangente du profil de celle-ci avec la surface réceptrice au point triple solide-liquide-gaz. L'angle de contact noté θ dépend de la tension de surface liquide/vapeur notée γ_{LV} et des tensions interfaciales solide/liquide et solide/vapeur notées γ_{SL} et γ_{SV} respectivement (Figure 13). Ces trois grandeurs sont reliées par l'équation de Young (Young, 1805) :

$$\gamma_{SV} - \gamma_{SL} = \gamma_{LV} \cos \theta \quad (18)$$

MATÉRIEL ET MÉTHODES

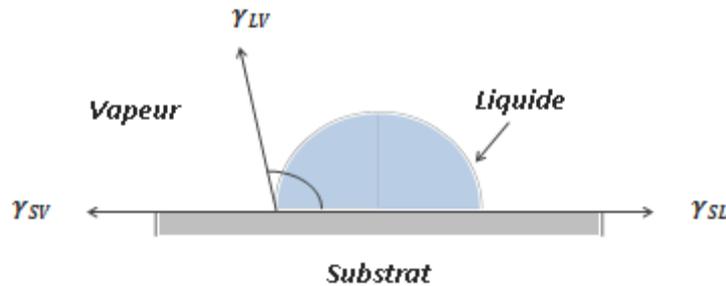


Figure 13: Tensions superficielles et angle de contact d'une goutte de liquide déposée sur un support solide, représentation du modèle de Young.

La mesure de l'angle de contact θ permet de déterminer certaines propriétés de la surface comme par exemple l'énergie libre de surface ainsi que ses composantes polaire ou apolaire. Ainsi, les angles de contact mesurés en utilisant les trois liquides purs (eau, formamide et diiodométhane) dont les caractéristiques énergétiques sont connues (Tableau 6) permettent de déduire le caractère hydrophile ou hydrophobe de la surface qualitativement aussi bien que son caractère donneur/accepteur d'électrons via les équations suivantes :

$$\gamma_L(\cos\theta + 1) = 2(\gamma_S^{LW}\gamma_L^{LW})^{1/2} + 2(\gamma_S^+\gamma_L^-)^{1/2} + 2(\gamma_S^-\gamma_L^+)^{1/2} \quad (19)$$

Avec :

γ_S^{LW} : Composantes de Lifshitz- Van der Waals de la surface ;

γ_L^{LW} : Composantes de Lifshitz- Van der Waals du liquide ;

γ_S^+/γ_S^- : Composante(s) acceptrice/donneuse d'électrons de la surface ;

γ_L^+/γ_L^- : Composante(s) acceptrice/donneuse d'électrons du liquide.

Tableau 6: Caractéristiques énergétiques des liquides utilisés pour la mesure des angles de contact.

Liquide	$\gamma^{LW}(\text{mJ/m}^2)$	$\gamma^+(\text{mJ/m}^2)$	$\gamma^-(\text{mJ/m}^2)$
Eau (H ₂ O)	21.6	25.4	25.4
Formamide (CH ₃ NO)	38.7	2.3	39.4
Diiodométhane (CH ₂ I ₂)	50.5	0.7	0.0

La composante acide-base de Lewis γ_S^{AB} a été déterminée par l'équation suivante :

$$\gamma_S^{AB} = 2(\gamma_S^-\gamma_S^+)^{1/2} \quad (20)$$

L'énergie libre d'interaction ΔG_{iwi} est calculée au moyen des composantes de tension de surface de deux entités interagissant, selon l'équation suivante :

MATÉRIEL ET MÉTHODES

$$\Delta G_{iwi} = -2\gamma_{iw} = -2 \left[\left((\gamma_i^{LW})^{\frac{1}{2}} - (\gamma_w^{LW})^{\frac{1}{2}} \right)^2 + 2 \left((\gamma_i^+ \gamma_i^-)^{\frac{1}{2}} + (\gamma_w^+ \gamma_w^-)^{\frac{1}{2}} - (\gamma_i^+ \gamma_w^-)^{\frac{1}{2}} - (\gamma_w^+ \gamma_i^-)^{\frac{1}{2}} \right) \right] \quad (21)$$

Avec :

$\gamma_i^{LW} / \gamma_w^{LW}$: Composante de Lifshitz-Van der waals de la surface (i)/de l'eau ;

γ^+ : Composante acceptrice d'électrons ;

γ^- : Composante donneuse d'électrons.

Ainsi, l'hydrophobicité d'un matériau est évaluée par la mesure de l'angle de contact par rapport à l'eau θ_w et par le calcul de l'énergie libre d'interaction entre deux entités de ce matériau immergées dans de l'eau (w): ΔG_{iwi} (Carel J. Van Oss et al., 1988). On parle alors de l'hydrophobicité qualitative et quantitative. De ce fait, un matériau est hydrophile quand il a plus d'affinité avec l'eau, ce qui veut dire que l'interaction entre les deux entités est inférieure à l'interaction de chaque entité avec de l'eau ($\Delta G_{iwi} > 0$), dans ce cas l'étalement de la goutte d'eau sur la surface du matériau sera important et l'angle de contact par rapport à l'eau θ_w sera faible ($\theta_w < 65^\circ$). Il est considéré comme hydrophobe dans le cas inverse (faible énergie de surface $\Delta G_{iwi} < 0$, angle de contact par rapport à l'eau élevé $\theta_w > 65^\circ$).

1.3.2. Mesure de l'angle de contact

Pour les mesures d'angle de contact, nous avons utilisé un goniomètre GBX Digidrop (France), équipé d'une seringue (Figure 14). Un volume de 3 μL a été déposé sur le morceau de bois traité ou non. Par la suite, le logiciel d'exploitation "Visiodrop" permet une extraction automatique des angles de contact (angles gauche et droit) et le calcul de leur moyenne. Les valeurs de l'angle de contact rapportées dans ce manuscrit correspondent à une moyenne de trois mesures d'angles de contact que nous avons choisies à l'état d'équilibre à partir de la liste fournie par le logiciel. La même procédure a été réalisée pour les trois liquides : L'eau distillée, le formamide et le diiodométhane.



Figure 14 : Photo du goniomètre GBX Digidrop (France).

MATÉRIEL ET MÉTHODES

2. Caractérisation physicochimique de la surface des souches fongiques

2.1. Préparation des films de spores fongiques

Comme nous l'avons cité dans la partie bibliographique (Section VI.3. Les souches, page 47), nous nous sommes intéressés dans ces travaux de thèse uniquement aux champignons entraînant une dégradation et une biodétérioration du bois de cèdre. Les souches de *P. commune* (PDLd^{''} et PDLd₁₀), *P. crustosum*, *T. hyalocarpa* et *A. niger* (El Bergadi et al., 2011; Zyani et al., 2009) ont étéensemencées sur la gélose à extrait de malt. L'ensemencement a été effectué par des stries trop serrées pour garantir un développement du mycélium sur l'ensemble de la surfaceensemencée et par conséquent, une production d'un tapis homogène et concentré en spores fongiques. L'incubation des boîtes a été effectuée à 25°C pendant 10 jours.

Après avoir achevé les 10 jours d'incubation, les spores fongiques ont été récoltées de la surface gélosée par raclage en utilisant une solution de KNO₃ stérile (0,1 M). Les suspensions de spores ont été filtrées à travers du coton hydrophile afin d'éliminer les hyphes mycéliens. Par la suite, elles ont été lavées par centrifugation à 7 000 tr/min pendant 15 min à 4°C. Les culots ainsi récupérés ont été remis en suspension dans la solution de KNO₃ (0,1 M) et ajustées à une concentration de 10⁷ spores/mL (le comptage des spores a été réalisé sur une cellule de Malassez). Par ailleurs, des films de spores fongiques sont préparés en filtrant un volume de 10 mL de chaque suspension fongique de 10⁷ spores/mL, à travers une membrane de nitrocellulose de porosité 0,45 µm. Les filtres chargés de spores (couche fine de spores) ont été déposés sur un support en verre et séchés à température ambiante pendant 30 min. La caractérisation des propriétés de surface des spores fongiques a été effectuée en mesurant les angles de contact sur ces films fongiques. Les mesures ont été réalisées de la même manière décrite dans le paragraphe précédent (Section II.1.3.2. Mesure de l'angle de contact, page 57).

III. Effet du traitement de la surface de bois par les huiles étudiées sur l'adhésion théorique et expérimentale des souches fongiques

1. Effet des huiles sur l'adhésion théorique des spores fongiques

Avant d'évaluer expérimentalement l'effet des huiles essentielles et végétales sur l'adhésion des spores fongiques, nous l'avons évalué théoriquement en calculant l'énergie libre d'interaction totale ΔG^{TOT} selon la théorie DLVO étendue (XDLVO) qui est la somme de l'énergie libre due aux interactions électrostatiques, l'énergie d'interaction de Lifshitz-Van der Waals et l'énergie d'interaction acide base de Lewis (Van Oss et al., 1986).

MATÉRIEL ET MÉTHODES

$$\Delta G^{TOT} = \Delta G^{EL} + \Delta G^{LW} + \Delta G^{AB} \quad (22)$$

L'énergie libre due aux interactions électrostatiques dans ces travaux de thèse a été négligée par l'utilisation de la solution de KNO_3 à forte force ionique.

Ainsi, l'adhésion des spores fongiques est favorable si ΔG^{TOT} est négative et défavorable dans le cas inverse (ΔG^{TOT} est positive).

2. Effet des huiles sur l'adhésion expérimentale des spores fongiques

2.1. Spores fongiques et condition de culture

La préparation des suspensions de spores fongiques a été effectuée de la même façon décrite précédemment. Après développement et production des spores fongiques, ces dernières ont été raclées dans une solution stérile de KNO_3 à 0,1 M, filtrées à travers du coton hydrophile et centrifugées à 7 000 tr/min pendant 15 min à 4°C. La concentration des suspensions fongiques utilisée pour le test d'adhésion a été ajustée à 10^7 spores/mL par un hématimètre (cellule de Malassez).

2.2. Test d'adhésion

Après avoir préparé le bois et les suspensions fongiques, les morceaux de bois, fixés au fond de petites boîtes de Pétri, ont subi en premier lieu le même traitement indiqué auparavant (Section II. 1.2. Traitement de surface du bois par des huiles végétales, des huiles essentielles et des acides gras, page 54). Par la suite, et après écoulement du temps de traitement (selon la nature du traitement), un volume de 20 mL de la suspension de spores préalablement préparée a été versé sur les morceaux de bois (les morceaux de bois ont été fixés afin d'éviter leur flottement dans les suspensions fongiques). Le contact entre les échantillons de bois et les suspensions fongiques a duré 10 h à 25°C dans des conditions statiques. À la fin, les morceaux de bois ont été retirés des boîtes et rincés délicatement trois fois avec l'eau distillée stérile dans le but d'éliminer les spores qui n'ont pas adhéré (Romain Briandet et al., 1999; Hamadi, 2005; Herald and Zottola, 1988), avant d'être examinés par un Microscope Electronique à Balayage Environnemental (MEBE).

2.3. Observation et quantification de l'adhésion

Les échantillons de bois de cèdre ont été analysés par Microscope Électronique à Balayage Environnemental (Quanta 200 FEG, FEI Company) à la Cité d'innovation de l'Université Sidi Mohammed Ben Abdellah de Fès. Les clichés microscopiques ainsi obtenus ont été traités par

MATÉRIEL ET MÉTHODES

le logiciel Matlab[®] afin de quantifier l'adhésion fongique sur les différents morceaux de bois analysés. Le pourcentage d'adhésion est reflété par le pourcentage d'occupation de la surface par les spores fongiques, celui-ci correspond au rapport de points blancs (pixels) liés aux spores fongiques sur le nombre total de pixels de base constituant l'ensemble de l'image.

IV. Conception d'une formulation écologique pour protéger le bois de cèdre et empêcher la formation des biofilms

1. Introduction

La compréhension et la recherche de moyens naturels de lutte contre le développement des biofilms et la préservation du bois suscitent un intérêt grandissant. Nos travaux de thèse sont partis de l'idée que la formation d'un biofilm sur le bois de cèdre pourrait et devrait être empêchée en agissant au niveau de l'adhésion microbienne initiale. Celle-ci dépend principalement des caractéristiques physicochimiques du matériau et de la surface microbienne, en particulier leur hydrophobicité et leurs propriétés accepteurs-donneurs d'électrons. Dans cette partie de thèse, nous avons évalué l'effet combiné des huiles végétales et des huiles essentielles, à la fois sur les propriétés physicochimiques du bois de cèdre contrairement aux parties précédentes où nous avons évalué l'effet des huiles végétales et essentielles séparément. Pour ce faire, l'effet de plusieurs mélanges ternaires a été testé dans le but d'optimiser un mélange immunisant le bois de cèdre contre les champignons responsables de sa biodégradation. Une modélisation via la méthodologie des plans d'expérience a été utilisée pour garantir un résultat solide de manière efficace et économique avec un nombre minimal d'expériences.

2. Plan de mélange

2.1. Plan choisi

L'effet de quelques mélanges ternaires combinant à la fois des huiles essentielles et végétales a été étudié en utilisant un plan de mélange centré augmenté. Les facteurs étudiés sont la fraction de chaque composant du mélange qui varie de 0 à 1, sans contraintes dans le domaine expérimental. Ainsi, le plan et son domaine expérimental sont représentés par un triangle équilatéral (Figure 15) où :

- Les trois huiles composant le mélange sont représentées par les points 1, 2 et 3 ;
 - Les mélanges moitié-moitié de deux huiles sont représentés par les points 4, 5 et 6 ;
 - Le mélange équiproportionnel des trois huiles : le point central représenté par le point 7 ;
- et

MATÉRIEL ET MÉTHODES

- Les mélanges ternaires situés aux centres de gravité des trois simplexes unitaires représentés par les points 8, 9 et 10.

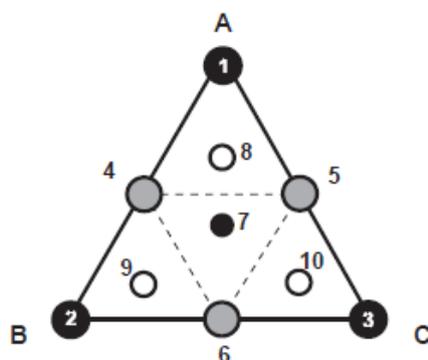


Figure 15 : Plan de mélange centré augmenté.

2.2. Les huiles végétales et essentielles : Facteurs

Trois huiles végétales ont été sélectionnées parmi les cinq huiles utilisées dans la première partie de la thèse. Il s'agit de l'huile d'olive, l'huile de tournesol et l'huile de lin. Pour les huiles essentielles, nous avons choisi l'huile de *M. pulegium*, *R. officinalis* et *C. atlantica*. Deux types de mélanges ternaires ont été étudiés : des mélanges avec deux huiles végétales et une huile essentielle (M1-M6) et des mélanges avec deux huiles essentielles et une huile végétale (M7-M15). Au total, l'effet de quinze mélanges différents sur les propriétés de surface du bois de cèdre a été étudié dans cette partie.

Tableau 7 : Les constituants des quinze mélanges étudiés.

Mélange	Constituants du mélange	Mélange	Constituants du mélange
M1	HO + HT + HM	M7	HO + HC + HR
M2	HO + HT + HC	M8	HO + HC + HM
M3	HO + HT + HR	M9	HO + HM + HR
M4	HO + HL + HC	M10	HL + HM + HR
M5	HO + HL + HM	M11	HL + HC + HR
M6	HO + HL + HR	M12	HL + HC + HM
		M13	HT + HM + HR
		M14	HT + HC + HM
		M15	HT + HC + HR

HO : Huile d'Olive, HT : Huile de Tournesol, HL : Huile de Lin,
HM : Huile de Menthe, HR : Huile de Romarin, HC : Huile de Cèdre.

MATÉRIEL ET MÉTHODES

2.3. Préparation des mélanges

Pour chaque mélange donné, dix préparations qui diffèrent par la proportion de chaque constituant ont été réalisées suivant la matrice d'expérience (Tableau 7). A l'aide d'une micropipette, la proportion de chaque huile a été déposée dans un tube Eppendorf pour avoir un volume final de 1 mL pour chaque préparation. Les huiles ont été déposées dans l'ordre indiqué dans le Tableau 7. Les mélanges préparés ont subi par la suite une agitation à l'aide d'un vortex pour avoir un mélange homogène des huiles. Ainsi, un volume de 20 μL de chaque préparation a été appliqué directement à la surface du bois de cèdre pendant 1 h pour évaluer leur effet sur la physicochimie de surface du bois de cèdre.

2.4. Définition des réponses

Pour déterminer l'impact des différents mélanges sur les paramètres physicochimiques de surface du bois nous avons monitoré des variables dépendantes (réponses) suivantes :

- L'énergie libre de surface ΔG_{iwi} : estimation quantitative directe du caractère hydrophobe ou hydrophile du bois ;
- Le caractère donneur d'électrons γ^- .

2.5. Matrice d'expériences

Pour chaque mélange étudié (Tableau 7), 18 expériences (avec des proportions d'huiles différentes) ont été réalisées dont trois répétitions du point central 7 et deux répétitions des points 1, 2, 3, 4, 5 et 6 représentant les huiles seules ainsi que leurs mélanges moitié-moitié. Le Tableau 8 représente la matrice d'expériences randomisée et qui a été exécutée dans l'ordre indiqué.

MATÉRIEL ET MÉTHODES

Tableau 8 : Matrice d'expériences pour les mélanges étudiés.

N° Expérience	X ₁	X ₂	X ₃
1	0,5	0	0,5
2	0,5	0	0,5
3	0,666667	0,166667	0,166667
4	0,333333	0,333333	0,333333
5	0	0,5	0,5
6	0,5	0,5	0
7	0,333333	0,333333	0,333333
8	0,166667	0,166667	0,666667
9	0,166667	0,666667	0,166667
10	1	0	0
11	0	0	1
12	0	0	1
13	0	1	0
14	0	1	0
15	0,5	0,5	0
16	1	0	0
17	0	0,5	0,5
18	0,333333	0,333333	0,333333

X₁ : Huile n°1 ; X₂ : Huile n°2 et X₃ : Huile n°3.

2.6. Traitement du bois et acquisition des réponses

Après traitement direct de la surface de bois de cèdre avec un volume de 20 µL de chaque mélange pendant 1 h, les mesures de l'angle de contact ont été prises de la même manière décrite précédemment (Section II.1.3.2. Mesure de l'angle de contact, page 57).

2.7. Définition du modèle mathématique

La relation entre les réponses Y et les compositions du mélange (X₁, X₂ et X₃) peut être corrélée selon plusieurs modèles mathématiques :

Modèle du premier degré : $Y = a_1X_1 + a_2X_2 + a_3X_3$

Modèle du deuxième degré : $Y = a_1X_1 + a_2X_2 + a_3X_3 + a_{12}X_1X_2 + a_{13}X_1X_3 + a_{23}X_2X_3$

Modèle du troisième degré : $Y = a_1X_1 + a_2X_2 + a_3X_3 + a_{12}X_1X_2 + a_{13}X_1X_3 + a_{23}X_2X_3 + a_{123}X_1X_2X_3$

Avec :

a₁, a₂ et a₃ : Coefficients des termes linéaires du premier degré ;

a₁₂, a₁₃ et a₂₃ : Coefficients des termes rectangles ;

a₁₂₃ : Coefficient des trois constituants.

Les modèles pour chaque mélange et chaque réponse ont été choisis en se basant sur leur validation statistique (ANOVA) et leur coefficient de détermination R². Par la suite, la fonction de la désirabilité a été exécutée pour trouver le résultat optimal. Le logiciel SAS JMP®, version 8.0.1 et STATISTICA 8 ont été utilisés pour le traitement des données.

MATÉRIEL ET MÉTHODES

2.8. Optimisation des mélanges : désirabilité

Après le choix du modèle qui décrit la corrélation entre chaque paramètre physicochimique de surface du bois avec les différents constituants du mélange (huile végétale/essentielle). Nous nous sommes intéressés à discerner, pour les quinze mélanges étudiés, la composition optimale des huiles conférant au bois de cèdre une hydrophobicité maximale avec un caractère donneur d'électrons important. On parle alors de la désirabilité.

Le choix de ces critères revient au fait qu'un matériau possédant une barrière protectrice contre la pénétration de l'eau est moins exposé aux attaques biologiques d'une part. D'autre part, avoir un caractère donneur d'électrons est connu par son un effet récalcitrant vis-à-vis de l'adhésion des microorganismes.

De ce fait, nous avons déterminé le point optimum qui permettrait de maximiser à la fois l'énergie libre de surface ΔG_{iwi} et le caractère donneur d'électrons γ^- . Pour chaque plan de mélange testé, nous avons obtenu une composition d'huiles avec des proportions bien déterminées aboutissant à des réponses répondant à nos exigences.

Troisième partie : Résultats et discussion

RÉSULTATS ET DISCUSSION

I. Composition chimique des huiles essentielles

La composition chimique des huiles essentielles, extraites par hydrodistillation à partir des plantes étudiées, a été déterminée par chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (CG-SM). Les résultats obtenus sont regroupés dans le Tableau 9. Comme il est indiqué dans ce tableau, 100% des composés volatiles ont été identifiés pour l'huile essentielle de *M. pulegium* et *C. atlantica* contre 99,55% et 98,48% pour *R. officinalis* et *C. odorata*, respectivement. Parmi les dix composés identifiés pour l'huile essentielle de *M. pulegium*, 94,43% sont des monoterpènes oxygénés représentés principalement par la menthone et le pulegone, avec un pourcentage de 60,56% et 15,77%. Par ailleurs, la teneur en hydrocarbures monoterpéniques dans cette huile essentielle est très faible avec seulement 1,53%, représenté par l' α -pinène. Les hydrocarbures sesquiterpènes sont représentés uniquement par le β -caryophyllène à 4,04%. En fait, la composition chimique de l'huile essentielle de *M. pulegium* a fait l'objet de nombreuses études dans différents pays comme le Portugal (Teixeira et al., 2012), le Maroc (Ait-Ouazzou et al., 2012; Cherrat et al., 2014; Elhoussine et al., 2010; Zantar et al., 2015), la Tunisie (Hajlaoui et al., 2009), l'Algérie (Brahmi et al., 2016), l'Inde (Agnihotri et al., 2005), l'Espagne (Díaz-Maroto et al., 2007) et l'Iran (Kamkar et al., 2010). Ces études ont montré que le pulegone est le constituant principal de l'huile essentielle de *M. pulegium*, à l'exception de celle réalisée au Portugal dans laquelle (Teixeira et al., 2012) ont montré que la menthone est le composant majoritaire de l'huile essentielle de *M. pulegium*. Les conditions climatiques ainsi que l'origine géographique de la plante sont derrière la variation quantitative relevée dans l'ensemble de ces études (Boukhebt et al., 2011).

Pour l'huile essentielle de *R. officinalis*, les résultats ont montré que 39,06% des substances volatiles identifiées sont des hydrocarbures sesquiterpéniques, représentés principalement par l' α -humulène (25%). Alors que, 28,11% sont des hydrocarbures monoterpéniques avec le camphène comme principal constituant (21,22%). Les monoterpènes oxygénés représentent 23,87% de cette huile alors que les sesquiterpènes oxygénés représentent seulement 3%. Des résultats similaires ont été rapportés dans d'autres études avec les mêmes composants mais avec des pourcentages relativement plus bas (Khia et al., 2014; Pesavento et al., 2015; Zaouali et al., 2010). Différentes études ont montré également que la composition chimique de l'huile essentielle de *R. officinalis* varie selon l'origine de la plante. En effet (Derwich et al., 2011) ont montré que l' α -pinène (18,25%) est le composant principal de l'huile essentielle de *R.*

RÉSULTATS ET DISCUSSION

officinalis issue de la région de Tafersoust au Maroc. (Daferera et al., 2000) ont trouvés le 1,8-cinéole comme constituant majoritaire pour la même huile issue du Crète (Grecque), avec un pourcentage de 88,9%. L' α -pinène, la verbénone et l'acétate de bornyle sont les principaux composants de l'huile du romarin de Sardaigne et du Corse (Pintore et al., 2002). (Mata et al., 2007) ont montré que le verbénone est présent à 35,4% dans d'huile essentielle du romarin du Portugal.

Pour l'huile essentielle de *C. atlantica*, vingt-deux composés ont été identifiés avec une présence d'autant plus pour les sesquiterpènes 80,26% dont 47,17% sont des sesquiterpènes oxygénés et 33,09% sont des hydrocarbures sesquiterpènes. Cette fraction majoritaire est constituée principalement de γ -himachalène, β -himachalène, γ -calaménène, δ -cadinène, l'iso-cédranol, la cédranone, le cédrool et l'oxyde de caryophyllène. La cédranone et l'iso-cédranol sont ses principaux composants avec un pourcentage de 19,35% et 13,78% respectivement. La fraction des monoterpènes quant à elle, représente 15,08% du total des composés volatils identifiés, dont 10,76% sont des monoterpènes oxygénés et 4,32% sont des hydrocarbures monoterpènes représentés par le sabinene. La composition chimique de l'huile essentielle de *C. atlantica* a fait l'objet de plusieurs études au Maroc, notamment celle de (Derwich et al., 2010), qui ont trouvé que l'huile issue des feuilles de *C. atlantica* est constituée de l' α -pinène (14,85%), l'himachalène (10,14%), le β -himachalène (9,89%) et le σ -himachalène (7,62%). Le pourcentage de β -himachalène et de σ -himachalène sont relativement similaires aux pourcentages que nous avons trouvés. Une autre étude réalisée par (Rhafouri et al., 2014) sur l'huile essentielle des graines de cèdre sans ailes, a montré la présence de l' α -pinène (46,16%), le manool (25,47%) et l'acétate de bornyl (10,18%) comme principaux composants. Par ailleurs, (Zrira and Ghanmi, 2016) ont rapporté la composition chimique de l'huile essentielle de la sciure de bois de cèdre de la région d'Azrou (α -(E)-atlantone (19,3%), β -himachalène (15,1%), 8-cedren-13-ol, (13,1%), α -l'himachalène (5,1%), le cédroxyde (4,6%) et la déodarone (4,6%)). Récemment, (Ez Zoubi et al., 2017) ont montré la présence d' α -himachalène (35,34%), β -himachalène (13,62%), γ -himachalène (12,6%), le cedrol (10,32%), l'isocédranol (5,52%) et l' α -pinène (5,5%) dans les parties aériennes de *C. atlantica*. Les mêmes constituants ont été retrouvés dans *C. libani* avec 22,50% de l'himachalol, 21,90% du β -himachalène et 10,50% de α -himachalène) (Loizzo et al., 2008). La différence quantitative relevée dans ces différentes études, ainsi que l'absence de certains constituants majeurs dans notre huile essentielle de *C. atlantica*, telle que l' α -(E)-atlantone (Zrira and Ghanmi, 2016), l' α -himachalène (Ez Zoubi et al., 2017), le himachalol (Loizzo et al., 2008) et l' α -pinène (Derwich et al., 2010; Necmettin et al., 2005; Rhafouri et al., 2014) sont dues aux facteurs

RÉSULTATS ET DISCUSSION

géographiques et aux conditions climatiques spécifiques à chaque région (Mansouri et al., 2010), aussi bien que la saison de la récolte et la partie de la plante utilisée pour l'extraction (Marcum and Hanson, 2006; Muñoz-Bertomeu et al., 2007).

Pour l'huile essentielle de *C. odorata*, les analyses chromatographiques ont montré que la fraction oxygénée représente 67,71% de l'ensemble des substances volatiles identifiées contre 30,77% pour la fraction d'hydrocarbures. La fraction oxygénée est constituée principalement du 1,8 cinéole, le linalool, l'acétate de géranyl, l'acétate de cinnamyle, l'isoeugénol, le méthyleugénol, l'oxyde de caryophyllène, le γ -cadinol, le δ -cadinol, le δ -cadinol, le δ -dodécalactone, le benzoate de benzyle et le salicylate de benzyle. L'acétate de géranyle et le linalool sont les principaux composants de cette fraction avec un pourcentage de 14,51% et 13,81%, respectivement. Ces derniers sont responsables de l'odeur florale de l'huile essentielle d'Ylang-Ylang. La composition chimique de notre huile issue des îles de Comores est semblable à celle de la Colombie. Cette dernière est marquée par la présence forte en linalool, soit le double du pourcentage que nous avons trouvé (Stashenko et al., 1993). Le 1,8-cinéole, l'acétate de géranyle, l'acétate de cinnamyle, l' α -pinène, l' α -ylangène, le β -caryophyllène et d'autres composés sont aussi présents dans l'huile d'Ylang-Ylang de la Colombie (Stashenko et al., 1993, 1995) avec des teneurs différentes. Cette variation est due principalement à la méthode et le temps d'extraction, aussi bien que l'origine et la maturité de la fleur. D'autres études ont porté sur la composition chimique de l'huile d'Ylang-Ylang extraite des feuilles, révélant ainsi une présence de β -caryophyllène 34,2%, le sabinène 19,6%, l' α -humulène 6,8% et l' α -pinène 6% pour celle cultivée à l'Australie (Brophy et al., 2004), et une présence de β -caryophyllène 26,3%, l' α -pinène 14%, le germacrene D 11,7% pour celle cultivée au Cameroun (Chalchat et al., 1997).

RÉSULTATS ET DISCUSSION

Tableau 9 : Composition chimique des quatre huiles essentielles déterminée par CG-SM.

N°	Composé	IR	<i>M. pulegium</i>	<i>R. officinalis</i>	<i>C. atlantica</i>	<i>C. odorata</i>
			Pourcentage (%)			
1	α -pinene	930	1,53	4,77	-	9,48
2	Camphene	938	-	21,22	-	-
3	Sabinene	969	-	-	4,32	-
4	1,8-cineol	1015	-	4,97	-	5,64
5	γ -terpinene	1035	-	2,12	-	-
6	Fenchol	1065	-	0,91	-	-
7	Linalool	1084	-	-	-	13,81
8	Camphor	1095	-	0,72	-	-
9	Rose oxide	1127	-	-	1,15	-
10	Borneol	1134	-	8,42	1,32	-
11	α -terpineol	1142	-	-	2,62	-
12	A-terpinenol	1159	-	1,76	-	-
13	Menthone	1163	60,56	-	-	-
14	Bornylacetate	1180	-	1,62	-	-
15	p-cymen-8-ol	1183	-	-	2,42	-
16	α -terpineol	1189	2,09	-	-	-
17	Trans-carveol	1217	-	-	1,45	-
18	Pulegone	1241	15,77	-	-	-
19	Piperitone	1247	4,88	-	-	-
20	Bornylacetate	1285	-	-	1,8	-
21	2-Ethyl-4,5-Dimethylphenol	1305	-	3,18	-	-
22	Menthylacetate	1323	4,4	-	-	-
23	Eugenol	1327	-	1,42	-	-
24	Piperitenone	1347	2,62	-	-	-
25	Nerylacetate	1359	0,7	-	-	-
26	Geranylacetate	1379	3,41	-	-	14,51
27	α -Ylangene	1382	-	-	-	0,59
28	Tetradecane	1398	-	-	3,93	-
29	β -Caryophyllene	1414	4,04	8,12	-	9,83
30	Cinnamylacetate	1418	-	-	-	3,09
31	Isoeugenol	1429	-	-	-	7,07
32	Epi-Cedrane	1441	-	-	0,58	-
33	Geranylacetone	1453	-	5,47	-	-
34	α -Humulene	1455	-	25	-	9,16
35	Methyleugenol	1472	-	-	-	2,76

RÉSULTATS ET DISCUSSION

36	γ -Muuroolene	1475	-	3,41	-	-
37	γ -himachalene	1476	-	-	4,05	-
38	β -himachalene	1499	-	-	7,23	-
39	γ -Cadinene	1512	-	2,53	0,48	0,7
40	δ -Cadinene	1515	-	-	7,34	1,01
41	γ -Calamenene	1520	-	-	7,77	-
42	γ -Dehydro-ar-Himachalene	1526	-	-	1,81	-
43	NI	-	-	-	0,73	-
44	α -calacorene	1542	-	-	3,83	-
45	Oxido-Himachalene	1574	-	-	0,87	-
46	Caryophylleneoxide	1583	-	1,76	8,73	4,04
47	Humulene 1,2-epoxide	1611	-	1,24	-	-
48	Cedrol	16.11			4,44	
49	Cedranone	1620	-	-	19,35	-
50	γ -Cadinol	1627	-	-	-	0,82
51	δ -Cadinol	1639	-	-	-	7,8
52	Methyljasmonate	1642	-	0,91	-	-
53	Iso-cedranol	1661	-	-	13,78	-
54	δ -Dodecalactone	1706	-	-	-	2,72
55	Benzyl benzoate	1724	-	-	-	4,29
56	Benzyl salicylate	1828	-	-	-	1,16
	Hydrocarbures monoterpéniques		1,53	28,11	4,32	9,48
	Monoterpènes oxygénés		94,43	25,29	10,76	33,96
	Hydrocarbures sesquiterpéniques		4,04	39,06	33,09	21,29
	Sesquiterpènes oxygénés		-	3	47,17	12,66
	Autres		-	4,09	4,66	21,09
	Total		100	99,55	100	98,48

IR : indice de rétention

RÉSULTATS ET DISCUSSION

II. Activité antimicrobienne

1. Screening antibactérien

Dans le but d'évaluer l'activité antibactérienne des huiles essentielles et des huiles végétales contre les deux bactéries responsables de la biodétérioration du bois, la méthode de diffusion sur disque a été adoptée pour le screening. Par la suite, nous avons déterminé la concentration minimale inhibitrice et bactéricide des huiles qui ont été actives via la méthode de microdilution.

Concernant les huiles végétales utilisées, ces derniers n'ont montré aucune activité antimicrobienne contre les bactéries et les champignons de dégradation du bois de cèdre.

Par ailleurs, le screening antibactérien a montré que les huiles essentielles ont été douées d'une activité antibactérienne. Le Tableau 10 représente la sensibilité des souches de *B. safensis* et *B. subtilis* vis-à-vis des différentes huiles essentielles.

Tableau 10 : Screening antibactérien des huiles de *M. pulegium*, *R. officinalis*, *C. atlantica* et *C. odorata* vis-à-vis de *B. safensis* et *B. subtilis*.

Huiles essentielles/Bactéries	<i>B. safensis</i>	<i>B. subtilis</i>
<i>M. pulegium</i>	+++	++
<i>R. officinalis</i>	+	+
<i>C. atlantica</i>	+	+
<i>C. odorata</i>	+	++

(+) : Souche sensible avec un diamètre de la zone d'inhibition d entre 9 et 14 mm ($9 \leq d \leq 14$ mm)

(++) : Souche très sensible ($15 \leq d \leq 19$ mm)

(+++): Souche extrêmement sensible ($d \geq 20$ mm)

D'après les résultats indiqués dans le Tableau 10, l'ensemble des huiles essentielles évaluées présentent une activité antibactérienne contre *B. safensis* et *B. subtilis*, avec une activité remarquable pour l'huile de *M. pulegium* contre ces deux bactéries. De plus, l'huile de *C. odorata* a montré une activité également remarquable vis-à-vis de *B. subtilis*. Ainsi, nous avons évalué d'une manière quantitative la magnitude des activités révélées.

2. Concentrations minimales inhibitrices et bactéricides des huiles essentielles

La concentration minimale inhibitrice est parmi les paramètres utilisés en microbiologie pour quantifier l'effet antimicrobien. Dans cette étude, nous avons déterminé les CMI des huiles essentielles vis-à-vis de *B. safensis* et *B. subtilis* par la méthode de microdilution. Les résultats obtenus sont représentés dans le Tableau 11.

RÉSULTATS ET DISCUSSION

Tableau 11 : Concentrations minimales inhibitrices (CMI) en % (v/v) des huiles essentielles de *M. pulegium*, *R. officinalis*, *C. atlantica* et *C. odorata* vis-à-vis des bactéries étudiées.

Huiles essentielles/Bactéries	<i>B. safensis</i>	<i>B. subtilis</i>
<i>M. pulegium</i>	0,125	0,250
<i>R. officinalis</i>	2,000	1,000
<i>C. atlantica</i>	2,000	1,000
<i>C. odorata</i>	2,000	0,250

D'après ces résultats, les quatre huiles essentielles ont montré une activité antimicrobienne en milieu liquide contre les deux bactéries étudiées avec des CMI comprises entre 2 et 0,125%. *B. subtilis* s'est avéré plus sensible que *B. safensis* contre les huiles essentielles de *R. officinalis*, *C. atlantica* et *C. odorata*. Tandis que *B. safensis* a montré une susceptibilité remarquable vis-à-vis de l'huile essentielle de *M. pulegium* avec une CMI de 0,125%, deux fois inférieure à la CMI exercée par cette huile essentielle contre *B. subtilis* (0,250%). Ces résultats se concordent avec le diamètre des zones d'inhibition obtenues au cours du criblage. Par ailleurs, l'effet bactéricide ou bactériostatique de ces huiles essentielles vis-à-vis des deux bactéries étudiées est évalué en déterminant leurs concentrations minimales bactéricides et en calculant le rapport CMB/CMI. Les résultats obtenus sont empilés dans le Tableau 12.

Tableau 12 : Concentrations minimales bactéricides (CMB) des huiles essentielles de *M. pulegium*, *R. officinalis*, *C. atlantica* et *C. odorata* vis-à-vis des bactéries étudiées.

Bactéries/huiles essentielles	<i>B. safensis</i>				<i>B. subtilis</i>			
	<i>M. pulegium</i>	<i>R. officinalis</i>	<i>C. atlantica</i>	<i>C. odorata</i>	<i>M. pulegium</i>	<i>R. officinalis</i>	<i>C. atlantica</i>	<i>C. odorata</i>
CMB	>8	>8	8	≥8	8	>8	8	≥8
CMB/CMI	>4	>4	4	>4	32	>4	8	>4

D'après ces résultats, il est fort probable que l'effet antibactérien des huiles essentielles vis-à-vis des deux bactéries est bactériostatique, vu que les valeurs des CMB obtenues sont toujours supérieures aux valeurs de leurs CMI correspondantes avec des rapports CMB/CMI

RÉSULTATS ET DISCUSSION

supérieurs à 4 (CLSI, 2012b), excepté pour l'effet de l'huile essentielle de *C. atlantica* vis-à-vis de *B. safensis* avec un ratio CMB/CMI égal à 4 (Tableau 12) (CLSI, 2012b).

L'activité antimicrobienne des huiles essentielles a été rapportée par plusieurs auteurs. L'huile essentielle de *M. pulegium* a montré un effet bactériostatique et bactéricide important contre une large gamme de microorganismes pathogènes. En effet, l'huile essentielle de *M. pulegium* issue du nord du Maroc a dévoilé un effet bactériostatique vis-à-vis d'une bactérie de la même espèce étudiée. Il s'agit de *B. subtilis* CECT 4071 (Cherrat et al., 2014). Le même effet bactériostatique a été remarqué contre d'autres bactéries comme *Salmonella enteritidis*, *Salmonella senftenberg* CECT 4563, *Staphylococcus aureus* CECT 976, *Listeria monocytogenes* EGDe et *Escherichia coli* CECT 471 (Ait-Ouazzou et al., 2012; Cherrat et al., 2014). Cependant, un effet bactéricide a été remarqué pour cette huile vis-à-vis d'un ensemble de bactéries comme *Pseudomonas aeruginosa* ATCC 27853, *Salmonella typhimurium* LT2 DT104, *Enterococcus faecium* CECT 4932, *Enterococcus faecalis* ATCC 29212, *Yersinia enterocolitica* CECT 4315, *Escherichia coli* O157:H7, *S. epidermidis* CIP106510 et *Staphylococcus aureus* ATCC25923 (Cherrat et al., 2014; Hajlaoui et al., 2009).

Concernant l'huile essentielle de *R. officinalis*, elle a fait objet de plusieurs recherches. En effet, une étude récente sur l'activité antimicrobienne de l'huile de *R. officinalis* issue de la région d'Er-Rich au Maroc a montré une forte activité antibactérienne contre des bactéries Gram-positive notamment *B. subtilis* et *B. Cereus* avec de faible CMI de l'ordre de 0,0625 et 0,031% (v/v) (Chraïbi et al., 2020). L'huile de *R. officinalis* d'Agadir quant à elle a présenté un effet antibactérien similaire vis-à-vis de *B. subtilis* (CMI = 1,1 mg/mL) (Mattazi et al., 2015). Une bonne activité a été remarqué pour l'huile de *R. officinalis* Tunisienne contre *B. subtilis* ATCC 6633 et *B. cereus* ATCC 11778 (Zaouali et al., 2010). Un faible à moyen effet antibactérien a été révélé pour l'huile de *R. officinalis* issue de la Sardaigne et du corse vis-à-vis de l'ensemble des bactéries testées avec un effet plus remarquable pour les bactéries Gram-positive que pour les bactéries Gram-négative (Pintore et al., 2002).

L'effet antibactérien de l'huile de *C. atlantica* Marocaine a été étudié par plusieurs chercheurs. En effet l'huile essentielle issue de la sciure de bois de cèdre et des graines de *C. atlantica* provenant de la région d'Azrou au Maroc a dévoilé une activité antibactérienne contre un ensemble de bactéries notamment des *Bacillus* comme *B. subtilis* et *B. cereus* (Rhafouri et al., 2014; Satrani, 2006; Zrira and Ghanmi, 2016). L'huile essentielle des feuilles de *C. atlantica* issue de la région Tichoukt au Maroc a également montré une faible à

RÉSULTATS ET DISCUSSION

moyenne activité vis-à-vis des bactéries étudiées (CMI de *B. sphericus* = 1,62 mg/mL (Derwich et al., 2010).

Pour l'huile essentielle de *C. odorata*, peu d'études ont été effectuées sur son activité antibactérienne. En effet, l'huile essentielle des fruits et des feuilles de *C. odorata* ont présenté une activité antibactérienne contre un ensemble de bactéries comme *Staphylococcus aureus* et *Klebsiella pneumoniae* (Chalchat et al., 1997). L'huile des feuilles de *C. odorata* originaire de l'Indonésie a inhibé la croissance de *Staphylococcus aureus* (Kuspradini et al., 2016).

Les huiles essentielles ont montré un degré d'activité antibactérienne variable contre les deux bactéries étudiées. Généralement, l'activité antibactérienne d'une huile essentielle est attribuée non seulement à ses principaux composants, mais également à ses composés minoritaires pouvant avoir un effet synergique entre eux. De ce fait, (Gill et al., 2002; Mourey and Canillac, 2002) ont dévoilé que les huiles essentielles entières avaient une meilleure activité antibactérienne que le mélange des constituants principaux de ces dernières. En outre, l'activité antibactérienne des huiles essentielles peut être attribuée à la fraction oxygénée et principalement aux alcools terpéniques présents dans cette dernière (Satrani, 2006). Autres études ont prouvé que les huiles essentielles possédant les propriétés antibactériennes les plus puissantes sont riches en composés phénoliques (Baydar et al., 2004; Rota et al., 2008). (Zinoviadou et al., 2009) a montré qu'en plus de la présence de composés phénoliques, la position des groupes hydroxyle, joue un rôle important dans l'activité antimicrobienne.

Les composés oxygénés représentent 94,43% de l'huile de *M. pulegium* dont 2,09% sont des alcools terpéniques suivi de l'huile de *C. odorata* avec 67,71% dont 29,5% des alcools terpéniques, l'huile de *C. atlantica* avec 57,93% dont 26,03% sont des alcools terpéniques et l'huile de *R. officinalis* avec 28,29% dont 15,69% des alcools terpéniques. Ainsi, il est fort probable que l'effet bactéricide de l'huile de *C. atlantica* contre *B. safensis* est attribué principalement aux alcools terpéniques. Cependant, l'effet bactériostatique des autres huiles essentielles notamment celui de *M. pulegium* est attribué majoritairement aux autres composés oxygénés.

RÉSULTATS ET DISCUSSION

3. Screening antifongique

La méthode de diffusion sur puits a été adoptée pour le screening et l'évaluation de l'activité antifongique des huiles essentielles et des huiles végétales contre les souches fongiques étudiées. Par la suite, nous avons déterminé la concentration minimale inhibitrice et fongicide des huiles qui ont été actives en utilisant la méthode de microdilution.

Le screening antifongique a montré que les huiles essentielles ont une activité antifongique contre l'ensemble des souches fongiques étudiées. Le Tableau 13 représente la sensibilité des souches fongiques vis-à-vis des différentes huiles essentielles.

Tableau 13 : Screening antifongique des huiles de *M. pulegium*, *R. officinalis*, *C. atlantica* et *C. odorata* vis-à-vis des champignons étudiés.

Huiles essentielles / Champignons	<i>P. commune</i> (PDLd ^o)	<i>P. expansum</i>	<i>P. crustosum</i>	<i>P. commune</i> (PDLd10)	<i>T. hyalocarpa</i>	<i>A. niger</i>
<i>M. pulegium</i>	+++	+++	+++	+++	+++	+++
<i>R. officinalis</i>	+	++	++	+++	++	++
<i>C. atlantica</i>	+	++	++	+	++	+
<i>C. odorata</i>	+	++	++	+	+	+

(+) : Souche sensible avec un diamètre de la zone d'inhibition d entre 9 et 14 mm ($9 \leq d \leq 14$ mm)

(++) : Souche très sensible ($15 \leq d \leq 19$ mm)

(+++): Souche extrêmement sensible ($d \geq 20$ mm)

D'après les résultats présentés dans le Tableau 13, on constate clairement que les quatre huiles testées ont une activité antifongique contre les champignons de *P. commune*, *P. expansum*, *P. crustosum*, *T. hyalocarpa* et *A. niger*. En effet, l'huile de *M. pulegium* a montré une activité antifongique très importante contre l'ensemble des souches fongiques. L'huile de *R. officinalis* a également montré une bonne activité contre toutes les souches à l'exception de *P. commune* (PDLd^o). L'huile de *C. atlantica* a aussi présenté une bonne activité antifongique contre les souches de *P. expansum*, *P. crustosum* et *T. hyalocarpa* alors que l'huile de *C. odorata* a dévoilé un bon effet antifongique contre *P. expansum* et *P. crustosum*. Ainsi, nous avons évalué quantitativement la magnitude des activités révélées.

RÉSULTATS ET DISCUSSION

4. Détermination de la concentration minimale inhibitrice et fongicide

Après l'avoir évalué qualitativement, nous avons, cette fois-ci, quantifié l'activité antifongique des huiles essentielles en déterminant leurs concentrations minimales inhibitrices vis-à-vis de *P. commune*, *P. expansum*, *P. crustosum*, *T. hyalocarpa* et *A. niger*. Les résultats obtenus sont empilés dans le Tableau 14.

Tableau 14 : Concentrations minimales inhibitrices (CMI) des huiles de *M. pulegium*, *R. officinalis*, *C. atlantica* et *C. odorata* vis-à-vis des champignons étudiés.

	<i>P. commune</i> (PDLd ^{''})	<i>P. expansum</i>	<i>P. crustosum</i>	<i>P. commune</i> (PDLd ₁₀)	<i>T. hyalocarpa</i>	<i>A. niger</i>
<i>M. pulegium</i>	0,1250	0,2500	0,2500	0,1250	0,0625	0,1250
<i>R. officinalis</i>	1,0000	0,5000	0,5000	0,2500	0,2500	0,5000
<i>C. atlantica</i>	1,0000	0,5000	0,5000	1,0000	0,5000	1,0000
<i>C. odorata</i>	1,0000	0,5000	0,5000	1,0000	1,0000	1,0000

D'après les résultats mentionnés dans le Tableau 14, les quatre huiles essentielles présentent une activité antifongique contre l'ensemble des champignons testés avec des CMI variant entre 0,0625 et 1% (v/v). L'huile essentielle de *M. pulegium* a montré une forte activité antifongique principalement contre la souche de *T. hyalocarpa* avec la CMI la plus faible (0,0625%). Cette huile essentielle a montré une activité identique vis-à-vis de *P. expansum* et *P. crustosum*. Le même effet antifongique a également été remarqué contre *P. commune* (PDLd^{''} et PDLd₁₀) et *A. niger* avec une CMI de 0,125%, deux fois inférieure à la CMI exercée par cette huile essentielle contre *P. expansum* et *P. crustosum* (0,25 %).

L'huile essentielle de *R. officinalis* a dévoilé une bonne activité antifongique notamment contre *P. commune* (PDLd₁₀) et *T. hyalocarpa* avec une CMI de 0,25%, deux fois inférieure à la CMI de cette dernière contre *P. expansum*, *P. crustosum* et *A. niger* et quatre fois inférieure à la CMI dévoilée par l'huile de romarin vis-à-vis de *P. commune* (PDLd^{''}).

Concernant l'huile essentielle de *C. atlantica*, cette dernière a montré une activité antifongique modérée contre *P. expansum*, *P. crustosum* et *T. hyalocarpa* (CMI = 0,5%). Cette huile essentielle est deux fois plus active sur *P. expansum*, *P. crustosum* et *T. hyalocarpa* que sur *P. commune* (PDLd^{''} et PDLd₁₀) et *A. niger*.

RÉSULTATS ET DISCUSSION

L'huile essentielle de *C. odorata* a révélé une activité antifongique modérée contre l'ensemble des souches fongiques étudiées avec des CMI de l'ordre de 0,5 et 1%. En effet, elle est deux fois plus active sur *P. expansum* et *P. crustosum* que sur *P. commune* (PDLd'' et PDLd₁₀), *T. hyalocarpa* et *A. niger*.

D'autre part, l'effet fongicide ou fongistatique de ces huiles essentielles vis-à-vis des six champignons étudiés est évalué en déterminant leurs concentrations minimales fongicides et en calculant le rapport CMF/CMI. Les résultats obtenus sont présentés dans le Tableau 15.

Tableau 15 : Concentrations minimales fongicides (CMF) des huiles essentielles de *M. pulegium*, *R. officinalis*, *C. atlantica* et *C. odorata* vis-à-vis des champignons étudiés.

Champignons /Huiles essentielles	<i>P. commune</i> (PDLd'')		<i>P. expansum</i>		<i>P. crustosum</i>		<i>P. commune</i> (PDLd ₁₀)		<i>T. hyalocarpa</i>		<i>A. niger</i>	
	CMF	CMF/CMI	CMF	CMF/CMI	CMF	CMF/CMI	CMF	CMF/CMI	CMF	CMF/CMI	CMF	CMF/CMI
<i>M. pulegium</i>	4	32	2	8	2	8	2	16	2	32	2	16
<i>R. officinalis</i>	>8	-	>8	-	>8	-	>8	-	>8	-	≥8	-
<i>C. atlantica</i>	>8	-	8	16	>8	-	>8	-	8	16	>8	-
<i>C. odorata</i>	≥8	-	≥8	-	2	4	≥8	-	4	4	≥8	-

D'après les résultats indiqués dans le tableau ci-dessus, l'effet antifongique des quatre huiles essentielles vis-à-vis des souches fongiques étudiées est fongistatique dans la plupart des cas, du fait que les valeurs des CMF sont généralement supérieures aux valeurs de leurs CMI avec des rapports CMF/CMI supérieurs à 4, à l'exception de l'effet de l'huile de *C. odorata*. Cette dernière a montré un effet fongicide contre *P. crustosum* et *T. hyalocarpa* avec un ratio CMF/CMI de 4. Les CMF de certaines huiles essentielles contre des souches fongiques n'ont pas été déterminés, elles sont généralement supérieures à 8%. En outre, l'huile de *M. pulegium* qui a révélé l'effet antifongique le plus important ne présente qu'un effet fongistatique contre les souches fongiques étudiées ($8 \leq \text{CMF/CMI} \leq 32$) à l'exception de *P. commune* (PDLd'') et *T. hyalocarpa* qui ont montrés une tolérance à cette huile essentielle (CMF/CMI=32).

Les champignons ont toujours été considérés comme agents de dégradation de grand risque sur le bois. De ce fait, ils ont fait l'objet de nombreuses études en évaluant leur sensibilité envers différentes huiles essentielles. À notre connaissance, la sensibilité des champignons de pourriture du bois vis-à-vis des huiles de *M. pulegium*, *R. officinalis*, *C. atlantica* et *C. odorata* n'a jamais été évaluée. Autrement dit, l'activité antifongique de ces huiles essentielles contre les champignons responsables de la détérioration de bois n'a pas été

RÉSULTATS ET DISCUSSION

étudiée. Cependant, autres huiles essentielles ont été testées et ont révélé une activité antifongique remarquable contre ces champignons de dégradation de bois. En effet, (Zyani et al., 2011) ont rapportés que les huiles essentielles d'*Origanum compactum*, *Eugenia caryophyllata* et d'*Ocimum basilicaum* présentent une activité antifongique importante contre les spores fongiques de *T. hyalocarpa*, *P. commune*, *P. chrysogenum*, *P. expansum* et *Cladosporium cladosporioides*. Une autre étude a dévoilé une forte activité antifongique des huiles essentielles de *Piper capense*, *Piper borbonense* et *Vetiveria zizanoides* issues des Comores vis-à-vis de *Gloeophyllum trabeum*, *Poria placenta*, *Coniophora puteana* et *Coriolus versicolor* (Soidrou et al., 2013). Des études portant sur l'effet antifongique des composés phénoliques majoritaires des huiles essentielles contre les champignons de dégradation de bois ont également été réalisées. En effet, le carvacrol a montré une activité antifongique intéressante contre *P. expansum* isolé du bois de cèdre (Barkai et al., 2016a). Autres composés majoritaires comme la β -ionone, la carvone et le 1,8-Cineol ont montré également une bonne activité antifongique contre *A. niger* (Barkai et al., 2017).

En général, l'activité antimicrobienne est reliée principalement avec la perméabilité cellulaire. En effet, les lipides considérés comme principaux composants de la membrane cellulaire forment une barrière hydrophile, lipophile favorisant le passage des matériaux liposoluble uniquement. De ce fait, l'huile essentielle pénètre dans la structure membranaire des microorganismes (bactéries/champignons) provoquant l'expansion de leur membrane qui devienne perméable, la perturbation des protéines membranaires et ainsi la modification du processus de transport des ions dans les microorganismes (Burt, 2004; Fadli et al., 2012; Khan et al., 2010; Oonmetta-aree et al., 2006). Une pénétration des huiles dans la membrane cellulaire implique une diminution des lipides, une réduction de la stabilité membranaire et une augmentation de la perméabilité des matériaux solubles dans l'eau (Helal et al., 2007). Ce sont les terpènes, principaux constituants des huiles essentielles, qui pénètrent la structure lipidique membranaire de la cellule (Prashar et al., 2003). Certains auteurs ont montrés que l'utilisation des huiles essentielles a inhibée la croissance des champignons en abimant la structure de la membrane cellulaire et diminuant la teneur en lipides (Helal et al., 2007, 2006; Tao et al., 2014).

Les quatre huiles essentielles testées ont montré une activité antimicrobienne variable contre l'ensemble des souches utilisées. Cependant, l'huile de *M. pulegium* a montré une forte activité à la fois antimicrobienne et antifongique comparativement aux autres huiles essentielles étudiées.

RÉSULTATS ET DISCUSSION

III. Caractérisation physicochimique des surfaces

La détermination des propriétés de la surface des essences de bois étudiés est une étape primordiale qui a pour objectif la compréhension du mécanisme impliqué dans le phénomène de l'adhésion microbienne. Ainsi, nous essayons dans cette partie de caractériser les propriétés physicochimiques du bois de cèdre et d'autres variétés du bois avant et après utilisation des huiles.

1. Caractérisation physicochimique du bois

1.1. Caractérisation physicochimique initiale du bois

D'après les résultats indiqués dans le Tableau 16 ; le bois de cèdre, l'acajou, le chêne et le pin ont un caractère hydrophobe qualitativement et quantitativement avec des valeurs d'angles de contact qui varient entre $64,6 \pm 0,6$ et $81,5 \pm 0,73^\circ$ et des valeurs d'énergie de surface variant entre $-44,81$ et $-64,38 \text{ mJ/m}^2$. Le bois de cèdre représente l'espèce le plus hydrophobe suivi de l'acajou, le chêne et le pin. Les propriétés de surface du hêtre et du didetou ont également été évaluées, ces derniers présentent un caractère hydrophile qualitativement et quantitativement à l'inverse des autres variétés du bois. Le hêtre et le debitou ont des valeurs d'angle de contact de $48,6 \pm 0,75^\circ$ et $43 \pm 0,53^\circ$ respectivement. L'ensemble des variétés de bois étudiés présentent un caractère donneur plus qu'accepteur d'électrons.

Tableau 16 : Angles de contact, énergie de surface et ses composantes initiales de différentes variétés de bois.

Espèces de bois	Angles de contact ($^\circ \pm \text{SD}$) ^a			Énergie de surface (mJ/m^2)			ΔG_{iwi} (mJ/m^2)
	θ_w	θ_F	θ_D	γ^{LW}	γ^+	γ^-	
Cèdre	$81,5 \pm 0,73$	$54,5 \pm 0,57$	$21,9 \pm 0,2$	$47,1 \pm 0,06$	$0,44 \pm 0,05$	$3,74 \pm 0,3$	$-64,38$
Acajou	$74,6 \pm 0,28$	$42,7 \pm 0,8$	$25,6 \pm 0,23$	$45,84 \pm 0,07$	$0,63 \pm 0,1$	$4,48 \pm 0,45$	$-58,84$
Chêne	$73,1 \pm 0,49$	$38,7 \pm 0,93$	$33,5 \pm 0,54$	$42,64 \pm 0,23$	$1,59 \pm 0,19$	$4,21 \pm 0,45$	$-52,43$
Pin	$64,6 \pm 0,6$	$30,2 \pm 1$	$18,7 \pm 1,04$	$48,05 \pm 0,28$	$1,1 \pm 0,13$	$8,38 \pm 0,49$	$-44,81$
Hêtre	$48,6 \pm 0,75$	$47,3 \pm 0,98$	$21,3 \pm 1,5$	$47,26 \pm 0,47$	$0,3 \pm 0,03$	$38,63 \pm 0,34$	$11,19 \pm 0,22$
Dibetou	$43 \pm 0,53$	$32,7 \pm 0,58$	$25,05 \pm 0,09$	$46,01 \pm 0,02$	$0,15 \pm 0,03$	$34,54 \pm 0,85$	$6,44 \pm 1,48$

^a \pm Standard déviations (écart type de trois mesures)

Les propriétés de surface des essences de bois ont été étudiées par plusieurs auteurs. Ces derniers ont montré les mêmes résultats que celles présentés dans ce travail. En effet, (El Abed et al., 2011c), (Sadiki et al., 2014) et (Barkai et al., 2015b) ont rapportés le caractère hydrophobe du bois de cèdre marocain avec des valeurs d'énergie de surface de $-58,81$, $-81,98$

RÉSULTATS ET DISCUSSION

et $-6,09 \text{ mJ/m}^2$ respectivement. (De Meijer et al., 2000) ont notamment étudiés les caractéristiques physicochimiques de différentes essences de bois comme le bois de cèdre et de pin avec des valeurs de l'angle de contact de 69 ± 2 et $64 \pm 2^\circ$ respectivement. (Mohammed-Ziegler et al., 2004) ont montré que le bois de chêne européen présente un caractère hydrophobe qualitativement ($\theta_w = 81 \pm 4^\circ$). (Gérardin et al., 2007) ont mentionnés dans leur étude la propriété hydrophile du bois de hêtre avec $\theta_w = 54,5^\circ$. De même pour le caractère donneur d'électron, il a été noté que l'ensemble des variétés évaluées par ces auteurs présentent un caractère donneur d'électrons avec des valeurs négligeable de γ^+ .

2. Effet des huiles étudiées sur les propriétés physicochimiques du bois

2.1. Les huiles végétales

Elles ont été utilisées pendant des siècles pour protéger la couleur de bois, le préserver contre certains effets causant sa dégradation et influençant sa viabilité comme les attaques biologiques et l'humidité. Cependant, leur impact sur les propriétés physicochimiques du bois et particulièrement le bois de cèdre reste jusqu'au jour d'aujourd'hui très peu connu. D'où l'objectif de cette partie qui porte principalement sur l'influence de différentes huiles végétales sur la physicochimie de la surface du bois de cèdre.

D'après les résultats indiqués dans le Tableau 17, les différentes huiles végétales évaluées ont maintenu le caractère hydrophobe du bois de cèdre. En effet, le degré d'hydrophobie du bois a été légèrement modifié qualitativement avec des valeurs d'angles de contact de l'eau allant de $64,95 \pm 0,24$ à $73,95 \pm 0,29^\circ$ et quantitativement avec des valeurs d'énergie de surface variant de $-25,84$ à $-43,45 \text{ mJ/m}^2$.

Les mêmes résultats ont été trouvés notamment pour l'huile de lin naturelle qui a prouvé un effet modéré dans l'amélioration de la résistance du bois d'épicéa à l'eau après 1h de traitement. Cela a été justifié par des valeurs d'angles de contact de l'eau aux alentours de 65 et 70° pour le bois coupé radialement et tangentiellement respectivement. Le traitement avec de l'huile de lin a diminué l'hydrophobie du bois d'épicéa (Lozhechnikova et al., 2015) aussi bien que le bois de cèdre. L'huile de lin a montré le même effet sur le bois de *Cupressus arizonica* après 10s de traitement ($\theta_w = 66,75^\circ$) (Gorgij et al., 2014).

L'utilisation des huiles végétales comme revêtement hydrophobe a été appliquée notamment pour les pellets ou granulés de bois (Craven et al., 2015; Mišljenović et al., 2015). En effet, (Mišljenović et al., 2015) ont étudié l'effet de l'huile végétale usée sur les propriétés de surface des pellets. Ces derniers ont gardé leurs propriétés hydrophobes après l'utilisation

RÉSULTATS ET DISCUSSION

d'huile usée [θ_W (Control) = $117 \pm 6,6^\circ$, θ_W (Pellets avec 2,2% d'huile) = $100,2 \pm 2^\circ$ et θ_W (Pellets avec 5,8% d'huile) = $98,5 \pm 2,4^\circ$].

Le traitement du bois de cèdre avec les différentes huiles végétales a influencé le caractère donneur d'électrons du bois. En effet, ce dernier a augmenté de $3,74 \text{ mJ/m}^2$ à des valeurs comprises entre $10,66$ et $17,66 \text{ mJ/m}^2$. L'huile de tournesol a enregistré la plus grande augmentation tandis que l'huile de colza a marqué la plus faible valeur du caractère donneur d'électrons. Les valeurs du caractère accepteur d'électrons sont presque négligeables.

Les huiles végétales sont des lipides constitués d'acides gras répartis sur une molécule de glycérol formant ainsi ce qu'on appelle un triglycéride. Considérés comme molécules hydrophobes, les triglycérides forment une barrière protectrice à l'eau, ce qui explique le maintien du caractère hydrophobe après traitement du bois de cèdre avec les différentes huiles végétales. Les triglycérides sont hydrolysables et peuvent libérer des acides gras. Cela nous a poussés à évaluer l'effet des acides gras sur la physicochimie de la surface du bois de cèdre d'où l'objectif du paragraphe qui suit.

Tableau 17 : Angles de contact, énergie de surface et ses composantes du bois de cèdre après traitement direct avec différentes huiles végétales.

	Angles de contact ($^\circ \pm \text{SD}$) ^a			Énergie de surface (mJ/m^2)			ΔG_{iwi} (mJ/m^2)
	θ_W ($^\circ$)	θ_F ($^\circ$)	θ_D ($^\circ$)	γ^{LW}	γ^+	γ^-	
Huile de tournesol	$64,95 \pm 0,24$	$49,75 \pm 0,38$	$14,35 \pm 0,23$	48,93	0,60	17,66	-25,84
Huile de colza	$73,95 \pm 0,29$	$55,60 \pm 0,09$	$18,25 \pm 0,18$	48,15	0,31	10,66	-43,45
Huile de lin	$66,35 \pm 0,14$	$47,05 \pm 0,43$	$13,45 \pm 0,16$	49,18	0,02	14,12	-37,10
Huile d'olive	$70,05 \pm 0,29$	$53,20 \pm 0,19$	$9,05 \pm 0,86$	49,99	0,26	13,58	-36,47
Huile d'argan	$68,25 \pm 0,53$	$46,25 \pm 0,20$	$14,40 \pm 0,46$	49,09	0,03	11,59	-43,44

^a \pm Standard déviations (écart type de trois mesures)

2.1.1. Les acides gras

Le but de ce paragraphe est d'étudier l'effet des acides gras sur les propriétés de surface du bois de cèdre principalement les acides gras insaturés. Pour cela, nous avons choisi un acide gras monoinsaturé et un autre polyinsaturés. Il s'agit de l'acide oléique et l'acide linoléique composés majoritaires des huiles végétales utilisées dans le cadre de cette thèse.

D'après les résultats du Tableau 18, on remarque clairement que la mouillabilité du bois de cèdre a augmenté après traitement avec les différents acides gras. La mouillabilité du bois de

RÉSULTATS ET DISCUSSION

cèdre est légèrement plus importante avec l'acide oléique (acide gras monoinsaturé) qu'avec l'acide linoléique (acide gras polyinsaturé) avec des valeurs de l'angle de contact de l'eau de 34,25 et 41,45° respectivement. Ces acides gras ont augmenté le caractère donneur d'électrons du bois de cèdre. Nos résultats ne corroborent pas avec ceux de (Tomé et al., 2011) qui ont montré que la perméabilité à l'eau du cellophane a diminué après estérification avec deux dérivés d'acide gras avec des valeurs de l'angle de contact de l'eau aux alentours de 90° par rapport au témoin ($\theta_w = 54,2^\circ$).

La pénétration de l'eau dans le bois de cèdre après l'application des acides gras est influencée principalement par les composés secondaires issus de l'oxydation des acides gras qu'on peut trouver à la surface du bois mais aussi avec les interactions qui peuvent avoir lieu entre ces acides gras et les constituants du bois (la lignine et les carbohydrates). En effet, plus le degré d'insaturation d'une huile est élevé (présence des acides gras polyinsaturés), plus sa sensibilité aux réactions d'oxydation sera importante et meilleure sera son imprégnation à la surface. On peut dire que les acides gras polyinsaturés ont un degré important d'oxydation contrairement aux acides gras monoinsaturés connus uniquement par leur degré d'immobilisation de l'huile. Ainsi, les acides gras polyinsaturés peuvent se décomposer en formant des composés secondaires à la surface du bois (Salehi M., 2012).

L'oxydation des acides gras se passe après pénétration de ces derniers dans le bois de structure complexe et poreuse. Elle passe par trois étapes dont une étape d'initiation (arrachement d'un hydrogène et formation d'un radical libre), l'étape de propagation où les radicaux libres sont formés et une étape de terminaison aboutissant à la formation des composés non radicalaire comme les alcools, les cétones, les hydrocarbures, les époxydes, etc (Eymard, 2003). L'oxydation des acides gras est influencée par les composants du bois. En effet, la lignine de par sa structure peut ralentir la réaction d'oxydation alors que les hémicelluloses la favorisent (Salehi M., 2012; Stenberg, 2004).

Ainsi, la surface du bois de cèdre, après traitement avec les différentes huiles végétales, peut être chargée par des composés d'oxydation aussi bien que par des acides gras libres entraînant une baisse de sa propriété hydrophobe.

RÉSULTATS ET DISCUSSION

Tableau 18 : Angles de contact, énergie de surface et ses composantes du bois de cèdre après traitement direct avec l'acide oléique et linoléique.

	Angles de contact ($^{\circ} \pm SD$) ^a			Énergie de surface (mJ/m ²)			ΔG_{iwi} (mJ/m ²)
	$\theta_W(^{\circ})$	$\theta_F(^{\circ})$	$\theta_D(^{\circ})$	γ^{LW}	γ^+	γ^-	
Acide oléique	34,25±0,15	13,1±0,61	24,55±0,24	45,48	1,07	35,82	6,47
Acide linoléique	41,45±0,44	18,4±0,73	19,4±0,29	47,81	0,76	29,32	-4,14

^a \pm Standard déviations (écart type de trois mesures)

2.2. Les huiles essentielles

2.2.1. Traitement direct

2.2.1.1. Bois de cèdre

Le traitement de la surface de bois de cèdre avec les quatre huiles essentielles a modifié qualitativement et quantitativement le degré d'hydrophobie. En effet, le traitement avec l'huile essentielle de *M. pulegium* et *C. odorata* a diminué considérablement le paramètre d'hydrophobicité de bois. Celui-ci est devenu hydrophile après 15 min de traitement avec des valeurs d'énergie de surface de $28,04 \pm 0,84$ et $14,55 \pm 2,23$ mJ/m² respectivement. L'huile essentielle de *R. officinalis* et *C. atlantica* à l'inverse des deux autres huiles ont diminué légèrement l'hydrophobie du bois. Ainsi le bois de cèdre est devenu hydrophile qualitativement mais il a gardé son caractère hydrophobe quantitativement avec des valeurs d'énergie de surface de -26,49 et -41,46 mJ/m².

De ce fait, le bois de cèdre est devenu hydrophile après traitement avec l'huile essentielle de *M. pulegium* et *C. odorata* et hydrophobe après 15 min de traitement avec l'huile essentielle de *R. officinalis* et *C. atlantica*.

Concernant le paramètre donneur d'électrons, on remarque clairement depuis le Tableau 19 que le traitement avec les différentes huiles essentielles a augmenté le caractère donneur d'électrons du bois de cèdre. Cette augmentation est considérable pour les huiles de *M. pulegium* et *C. odorata*. Ainsi, le caractère donneur d'électrons après traitement avec l'huile de *M. pulegium* est 11 fois supérieur par rapport à celui du bois non traité. Il est 9 fois supérieur en utilisant l'huile de *C. odorata*, 3 fois supérieur en utilisant l'huile de *R. officinalis* et 2 fois supérieur en utilisant l'huile de *C. atlantica*.

RÉSULTATS ET DISCUSSION

Tableau 19 : Angles de contact, énergie de surface et ses composantes du bois de cèdre après traitement direct avec différentes huiles essentielles.

15 min	Angles de contact ($^{\circ}\pm SD$) ^a			Énergie de surface (mJ/m ²)			ΔG_{iwi} (mJ/m ²)
	θ_w	θ_F	θ_D	γ^{LW}	γ^+	γ^-	
<i>M. pulegium</i>	18,2±0,45	13±0,51	9,7±0,36	49,97±0,05	0,16±0,02	51,54±0,5	28,04±0,84
<i>R. officinalis</i>	51,7±0,48	12,9±1,93	14,8±1,61	49±0,35	1,48±0,13	16,29±0,58	-26,49
<i>C. atlantica</i>	62,60±0,03	30,30±0,56	15,9±0,9	48,76±0,22	0,85±0,03	10,19±0,20	-41,46
<i>C. odorata</i>	27,7±1,54	10,9±0,42	9,5±0,43	50±0,06	0,35±0,03	42,47±1,52	14,55±2,23

^a ± Standard déviations (écart type de trois mesures)

Cette baisse au niveau d'hydrophobicité peut être justifiée par la fraction oxygénée présente dans les huiles essentielles. Une fraction active par la présence des atomes d'oxygène sous différents groupes fonctionnels (alcool, composé carbonylé, ester, éther oxyde, etc). Ainsi, des réactions avec les molécules d'eau peuvent avoir lieu par des liaisons hydrogènes entraînant la formation des groupes hydroxyle de polarité importante et par conséquent la diminution de l'hydrophobicité du bois (Hamadi et al., 2008). Les huiles essentielles de *M. pulegium* et *C. odorata*, sont constituées majoritairement de composés oxygénés avec des pourcentages de 94,43 et 67,71% respectivement, d'où leur effet dramatique sur l'hydrophobicité du bois. Ces composés sont moins présents dans l'huile essentielle de *R. officinalis* et *C. atlantica* d'où leur effet modéré sur l'hydrophobicité.

D'autres produits naturels comme les extraits de plantes et les composés majoritaires ont montré le même effet que nos huiles essentielles. En effet, le carvacrol, le 1,8-cineol ainsi que l'extrait brut et fractionné du *Thymus vulgaris* (les fractions méthanoliques, hexane-acétate d'éthyle et acétate d'éthyle) ont modifié les propriétés de surface du bois de cèdre de la même façon que l'huile de *M. pulegium* et *C. odorata*. Ce dernier est devenu hydrophile qualitativement et quantitativement. La β -ionone et la carvone, comme l'huile essentielle de *R. officinalis* et *C. atlantica*, ont diminué l'hydrophobicité du bois tout en gardant quantitativement son caractère hydrophobe (Barkai et al., 2016c, 2015a, Sadiki et al., 2015b, 2014). La diminution de l'hydrophobicité de bois a été remarquée en utilisant autre méthode de traitement comme le traitement physique et le traitement avec des produits chimiques. En effet, (Potočňáková et al., 2013) ont démontré la baisse d'hydrophobicité pour le "tigerwood" par de très faible valeur de l'angle de contact de l'eau allant de 109 à 26° après traitement par plasma d'oxygène à pression atmosphérique. L'application du chlorure de 1-butyl-3-methylimidazolium (BMIMCl) et du 1-butyl-3-methylimidazolium tétrachloroferrate

RÉSULTATS ET DISCUSSION

(BMIMFeCl₄) sur le bois de (*Populus tremula*) a augmenté sa mouillabilité ($\theta_w = 28,29^\circ$ et $17,39^\circ$ respectivement) (Croitoru et al., 2011). La fixation des colorants acides sur la surface du bois du bouleau “Birch” a changé dramatiquement sa propriété initiale (hydrophobe), celui-ci est devenu hydrophile avec des valeurs d’angle de contact de l’eau inférieures à 45° (Wei et al., 2012).

Comme cité précédemment, nos résultats montrent une diminution d’hydrophobicité du bois de cèdre accompagnée d’une augmentation du caractère donneur d’électrons qui varie d’une huile à une autre. Cette augmentation du caractère donneur d’électrons est justifiée par la présence d’atome d’oxygène, dans la fraction oxygénée, de densité électronique et de basicité importante (présence des doublets d’électrons non partagés) (Rani and Basu, 2012). L’augmentation du caractère donneur d’électrons a été notée dans différents travaux de recherche notamment celle de (Sadiki et al., 2015b, 2014) qui l’ont prouvé en utilisant l’extrait de *Thymus vulgaris* obtenu par macération et ultrasons aussi bien que l’extrait méthanoliques, hexane-acétate d’éthyle et acétate d’éthyle de la même plante. Des valeurs de γ^- allant de 27 à 37 mJ/m² ont été enregistré avec les composés majoritaires étudiés par (Barkai et al., 2016c, 2015a) par rapport à la valeur initial du bois de cèdre $\gamma^- = 0,28$ mJ/m². Ce paramètre a été influencé pour le bois de chêne européen traité avec du chlorotriméthylsilane et de l’octadécyltrichlorosilane ($\gamma^- = 5,4$ et $2,3$ mJ/m² respectivement) comparativement au control ($\gamma^- = 0,3$ mJ/m²) (Mohammed-Ziegler et al., 2004). Il a été augmenté d’environ dix fois pour le bois de chêne rouge après traitement avec une solution du PVC-cuivre éthanolamine (Jiang and Kamdem, 2010).

2.2.1.2. Autres variétés

Le Tableau 20 présente les énergies de surface avec leurs composantes ainsi que les angles de contact des cinq variétés de bois étudiées après traitement direct avec les huiles essentielles de *M. pulegium*, *R. officinalis* et *C. odorata*. Les résultats des Tableaux 16 et 20 montrent clairement que les propriétés de surface initiale des bois ont été changées après utilisation des différentes huiles. L’ensemble des espèces de bois sont devenus hydrophile qualitativement et quantitativement après traitement avec l’huile de *M. pulegium* (Figure 16). Le degré d’hydrophilicité est plus important pour les espèces ayant un caractère hydrophile au départ, on parle du hêtre et du dibetou avec de faible valeur de l’angle de contact de l’eau de $16,8 \pm 0,25^\circ$ et $14,8 \pm 0,06^\circ$ respectivement.

L’acajou, le chêne et le pin ont maintenu leur propriété hydrophobe du départ quantitativement après traitement avec l’huile essentielle de *R. officinalis* et *C. odorata* avec

RÉSULTATS ET DISCUSSION

une légère baisse au niveau de leur énergie de surface. Ils sont plus hydrophobes après traitement avec l'huile de *R. officinalis* (ΔG_{iwi} entre -13,48 et -38,2 mJ/m²) comparativement à l'huile de *C. odorata* (ΔG_{iwi} entre -8,19 et -17,99 mJ/m²). Le hêtre et le dibetou quant à eux ont conservé leur caractère hydrophile (Figure 16).

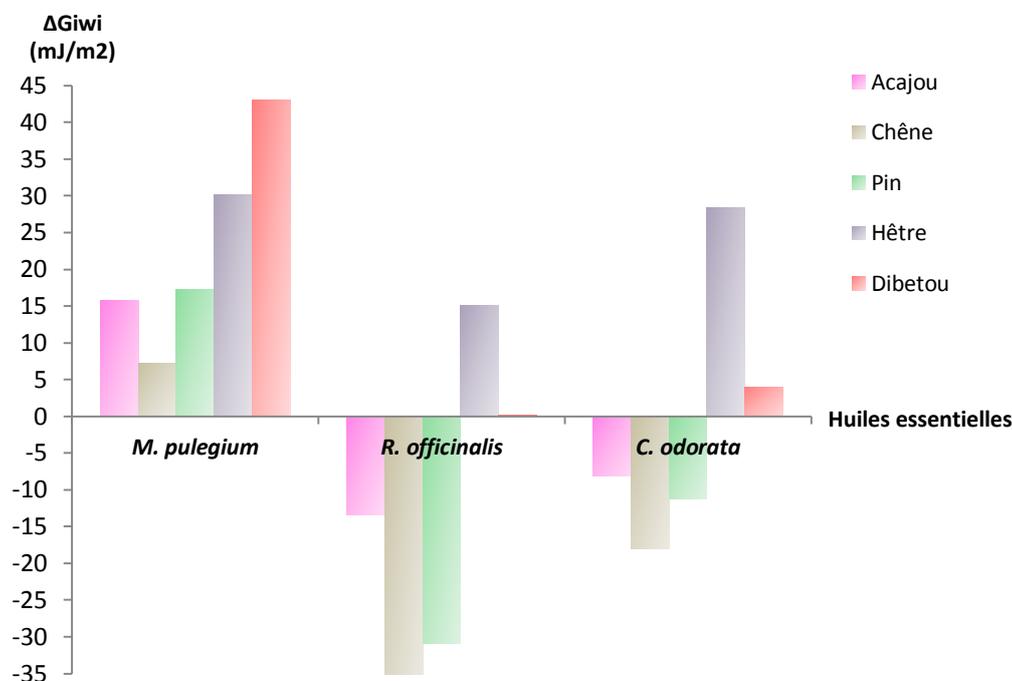


Figure 16 : L'énergie de surface de cinq variétés de bois après traitement avec l'huile de *M. pulegium*, *R. officinalis* et *C. odorata*.

Les variétés de bois possédant un caractère hydrophobe au départ ont connu une augmentation de leur caractère donneur d'électrons après traitement. Cette augmentation est sept fois supérieure en utilisant l'huile de *M. pulegium*, quatre fois supérieure en utilisant l'huile de *C. odorata* et trois fois supérieure en utilisant l'huile de *R. officinalis*. Cependant, une légère augmentation du caractère donneur d'électrons a été remarquée pour le bois de dibetou et du hêtre.

RÉSULTATS ET DISCUSSION

Tableau 20 : Angles de contact, énergie de surface et ses composantes de cinq variétés de bois après traitement direct avec différentes huiles essentielles.

Espèces de bois	Angles de contact ($^{\circ} \pm SD$) ^a			Énergie de surface (mJ/m ²)			ΔG_{iwi} (mJ/m ²)
	θ_w	θ_F	θ_D	γ^{LW}	γ^+	γ^-	
<i>M. pulegium</i>							
Acajou	29,2±0,35	16,5±0,16	11,2±0,8	49,73±0,14	0,25±0,01	42,79±0,32	15,72±0,44
Chêne	34,2±0,45	16,1±1,19	14,8±0,18	49,02±0,04	0,44±0,03	37,06±0,34	7,25±0,55
Pin	28,3±0,26	16,5±0,56	14,2±0,28	49,14±0,07	0,27±0,02	43,67±0,48	17,21±0,79
Hêtre	16,8±0,25	14,3±0,76	19,2±0,28	47,9±0,07	0,25±0,02	52,79±0,16	30,13±0,38
Dibetou	14,8±0,06	27,3±0,64	10,9±0,45	49,78±0,07	0,04±0,02	61,7±0,53	43,09±0,92
<i>R. officinalis</i>							
Acajou	44,4±0,14	7,5±0,08	20,8±0,26	47,43±0,08	1,48±0,01	23,21±0,13	-13,48
Chêne	57,7±0,51	17±0,58	6,4±0,3	50,38±0,03	1,44±0,05	11,16±0,43	-38,2
Pin	58,9±0,45	35,35±0,38	12,4±0,54	49,43±0,11	0,21±0,04	15,79±0,71	-31
Hêtre	37±0,35	29,9±0,21	14,8±0,57	49,02±0,13	0,03±0,01	40,76±0,56	15,13±0,85
Dibetou	43,2±0,14	28,2±1	16,5±0,69	48,62±0,18	0,19±0,05	31,75±0,59	0,12±1,07
<i>C. odorata</i>							
Acajou	48,7±0,25	32,2±0,82	14,3±0,16	49,13±0,04	0,12±0,04	27,05±0,74	-8,19
Chêne	47,1±0,51	10,8±0,54	18±0,33	48,22±0,08	1,39±0,03	20,81±0,52	-17,99
Pin	49,8±0,45	32,4±0,31	9,5±0,23	49,99±0,03	0,09±0,02	25,82±0,69	-11,2
Hêtre	32,8±0,28	34,6±1,08	16,8±0,1	48,54±0,03	0,3±0,02	49,69±0,83	28,39±0,7
Dibetou	36±0,56	16±0,83	13,4±0,12	49,31±0,02	0,47±0,03	35,01±0,61	3,99±0,96

^a ± Standard déviations (écart type de trois mesures)

2.2.2. Traitement vapeur

D'après les Tableaux 16 et 21, nous constatons que la surface du bois de cèdre traitée avec la vapeur des huiles de *M. pulegium* et de *R. officinalis* a gardé son caractère hydrophobe aussi bien du point de vue qualitatif que quantitatif. En effet la vapeur de *R. officinalis* a entraîné une légère diminution de l'hydrophobicité par rapport au bois de cèdre non traité ($\theta_w = 81,5^{\circ}$; $\Delta G_{iwi} = -64,38$ mJ/m²). Aucun effet n'a été remarqué après traitement avec la vapeur de *M. pulegium* sur l'hydrophobicité.

Une étude similaire a été effectuée par (El Abed, 2012) sur l'effet de la vapeur des composés majoritaires sur la physicochimie du bois de cèdre. Après 10h de traitement, la carvone a montré le même effet que la vapeur de l'huile de *R. officinalis* à l'inverse des autres composés qui ont augmenté l'hydrophobicité du bois (le cinnémaldéhyde, le carvacrol et le thymol).

RÉSULTATS ET DISCUSSION

(Sadiki, 2016) a également étudié l'effet de la vapeur de l'huile de *T. vulgaris* et de *M. communis* sur l'hydrophobicité du bois de cèdre en fonction de temps. Ce dernier a trouvé que le bois de cèdre est devenu plus hydrophobe après 10h d'exposition à la vapeur des différentes huiles. La vapeur de l'huile de *T. vulgaris* a montré un effet relativement important par rapport à celui de *M. communis* avec des valeurs de l'angle de contact de 106.86 et 98.83°.

Le caractère donneur d'électrons a été peu modifié, il a connu une légère augmentation après traitement avec la vapeur de *R. officinalis* et a tendu vers 0mJ/m² avec la vapeur de *M. pulegium*. Ces résultats corrélient avec ceux obtenus par (El Abed, 2012) qui a trouvé que la vapeur de la carvone a augmenté le caractère donneur d'électrons contrairement à la vapeur du carvacrol et du thymol qui l'ont fait baisser. La vapeur des deux huiles testées par (Sadiki, 2016) ont exprimé un caractère donneur d'élections plus élevé que celui du témoin ($\gamma^- = 0,02$ mJ/m²) de l'ordre de 4,94 mJ/m² pour l'huile de *T. vulgaris* et de 3,77 mJ/m² pour l'huile de *M. communis*.

L'effet de l'huile de *R. officinalis* sur l'hydrophobicité du bois de cèdre est quasiment le même pour les deux modes de traitement (traitement direct et par la vapeur). En effet, la baisse d'hydrophobicité a été plus importante avec le traitement direct ($\theta_w = 51,7^\circ$) comparativement au traitement par la vapeur ($\theta_w = 68,33^\circ$). L'huile de *M. pulegium* quant à elle n'a pas exercé le même effet, elle a fait chuter l'hydrophobicité du bois de cèdre qui est devenu hydrophile avec le traitement direct contrairement au traitement par la vapeur qui n'a pas presque rien changé. Du côté caractère donneur d'électrons, ce paramètre a largement augmenté en utilisant le traitement direct pour les deux huiles. De ce fait, nous pouvons conclure que le traitement à la vapeur présente un impact différent sur la surface du bois traité par rapport au traitement direct et que le traitement direct assure une meilleure adsorption et pénétration des composés volatils à la surface de bois. L'adsorption des composés volatils est moins bien dans le cas de traitement par la vapeur, ces derniers sont libérés dans l'air emmagasiné dans l'espace de la boîte en premier avant de pénétrer la surface du bois. De plus, la fraction des molécules adsorbées dans le cas de traitement à la vapeur est différente quantitativement et qualitativement, vu l'intervention de différents facteurs, notamment le degré de volatilité des composés et leur abondance dans l'huile.

RÉSULTATS ET DISCUSSION

Tableau 21 : Angles de contact, énergie de surface et ses composantes du bois de cèdre après traitement par la vapeur des HE.

	Angles de contact ($^{\circ}\pm SD$) ^a			Énergie de surface (mJ/m ²)			ΔG_{iwi}
	θ_w	θ_F	θ_D	γ^{LW}	γ^+	γ^-	
<i>M. pulegium</i>	85±0,1	26,57±0,15	13,33±0,06	49,34±0,01	3,65±0,02	0,27±0,01	-68,03
<i>R. officinalis</i>	68,33±0,25	28,8±0,17	16,3±0,2	48,68±0,05	1,47±0,04	5,09±0,18	-53,63

^a ± Standard déviations (écart type de trois mesures).

3. Caractérisation physicochimique des souches fongiques

Les propriétés physicochimiques des cinq souches fongiques sont présentées dans le tableau 22. La caractérisation des souches fongiques étudié a été faite par l'ancienne équipe d'ingénierie des biofilms et génie enzymatique du Laboratoire de Biotechnologie Microbienne et Molécules Bioactives (El Abed, 2012; Sadiki et al., 2016, 2015b) à l'exception de la souche d'*A. niger* que nous avons effectués dans ce travail tout en respectant les mêmes conditions opératoires. Cette dernière a montré un caractère hydrophile qualitativement et hydrophobe quantitativement ($\Delta G_{iwi} = -12,57 \text{ mJ/m}^2$) contrairement aux souches de *P. commune* (PDLd'' et PDLd10), *P. crustosum* et *T. hyalocarpa* qui ont montré un caractère hydrophile qualitativement et quantitativement avec des valeurs comprises entre 11,9 et 41,90° et entre 8,28 et 37,12 mJ/m² pour l'angle de contact de l'eau et l'énergie libre d'interaction, respectivement.

L'hydrophobicité des spores fongiques dépend de la composition chimique de leurs surfaces et plus précisément du rapport hydrate de carbone/protéine. En effet, les spores ayant un rapport hydrate de carbone/protéine élevé sont hydrophobe et possèdent une surface rugueuse à l'inverse de celles ayant un faible rapport hydrate de carbone/protéine qui sont hydrophile avec une surface lisse (Jeffs et al., 1999).

En ce qui concerne le caractère donneur d'électrons, la souche d'*A. niger* aussi bien que les autres souches fongiques présentent un caractère donneur élevé de 24,53 mJ/m². Toutes les souches fongiques ont un caractère accepteur d'électrons trop faible voir même négligeable pour les souches de *P. commune* (PDLd''), *T. hyalocarpa* et *A. niger*. Ce résultat corrobore avec les résultats trouvés par (Hamadi et al., 2008; Van Der Mei et al., 1998) qui ont rapporté également le caractère hydrophile et donneur d'électrons de quelques souches microbiennes.

Comme pour l'hydrophobicité, c'est la composition chimique de la surface des spores fongiques qui détermine leurs propriétés acido-basiques. La présence des groupements basiques chargés positivement comme les amines à la surface sont responsables du caractère

RÉSULTATS ET DISCUSSION

donneur d'électrons des spores fongiques (R. Briandet et al., 1999; Pelletier et al., 1997b) alors que les groupements acides comme les groupements carboxyliques et non carboxyliques (les groupements sulfates, les phosphates) chargés négativement sont responsables du caractère accepteur d'électrons (Djeribi et al., 2013).

Tableau 22 : Angles de contact, énergie de surface et ses composantes des souches fongiques étudiées.

Souches fongiques	Angles de contact ($^{\circ}\pm SD$) ^a			Composantes de l'énergie de surface (mJ/m^2)					ΔG_{iwi}	Références
	θ_W	θ_F	θ_D	γ^{LW}	γ^+	γ^-	γ^{AB}	γ^{Tot}		
<i>P. commune</i> (PDLd ^o)	36,11±0,65	43,62±0,75	51,31±0,18	33,5	0,2	51,9	6,8	40,3	37,12	(Sadiki et al., 2016, 2015b)
<i>P. commune</i> (PDLd10)	39,33±1,13	31,73±0,93	77,66±0,42	18,66	7,97	36,06	33,9	52,56	8,28	(Sadiki et al., 2016, 2015b)
<i>P. crustosum</i>	11,9±1,98	17±0,35	75±3,29	20,1	7,9	53,5	41,11	61,21	20,2	(El Abed, 2012)
<i>T. hyalocarpa</i>	41,90±0,63	45,10±0,19	55,00±0,55	31,5	0,5	44,90	9,2	40,7	26,86	(Sadiki et al., 2016)
<i>A. niger</i>	48,31±0,26	26,15±0,21	15,05±0,98	48,97	0,45	24,53	5,93	54,9	-12,57	

^a ± Standard déviations (écart type de trois mesures)

IV. Effet du traitement de la surface de bois par les huiles étudiées sur l'adhésion théorique et expérimentale des spores fongiques

1. Effet des huiles sur l'adhésion théorique des spores fongiques

1.1. Les huiles végétales

Nous avons utilisé l'approche XDLVO afin d'évaluer l'adhésion théorique des différentes souches fongiques à la surface du bois de cèdre avant et après traitement avec les huiles végétales étudiées en calculant l'énergie libre totale d'interaction ΔG^{TOT} entre la surface cellulaire des souches fongiques et celle du bois. Ainsi, des valeurs négatives de ΔG^{TOT} implique une attraction et une adhésion des souches fongiques à la surface du bois contrairement à des valeurs positives de ΔG^{TOT} qui traduisent une répulsion et une adhésion défavorable.

Les résultats de l'énergie totale de l'adhésion des souches fongiques sur le bois de cèdre traité et non traité avec les différentes huiles végétales ainsi que ses composantes acido-basiques et Lifshitz –Van der Waals sont présentés dans le Tableau 23.

RÉSULTATS ET DISCUSSION

Tableau 23 : Energies libres d'interaction de Lifshitz–Van der Waals, acide–base de Lewis et l'énergie libre totale de l'adhésion des souches fongiques sur le bois de cèdre traité et non traité avec les différentes huiles végétales (en mJ/m²).

	<i>P. commune</i> (PDLd ^o)			<i>P. commune</i> (PDLd10)			<i>P. crustosum</i>		
	ΔG^{LW}	ΔG^{AB}	ΔG^{Tot}	ΔG^{LW}	ΔG^{AB}	ΔG^{Tot}	ΔG^{LW}	ΔG^{AB}	ΔG^{Tot}
Un Bois non traité	-4,91	-9,79	-14,70	1,5	-5,50	-3,96	0,82	5,91	6,73
Huile de tournesol	-5,21	11,03	5,82	1,62	4,58	6,20	0,88	16	16,89
Huile de colza	-5,08	3,43	-1,65	1,59	0,85	2,44	0,86	12,89	13,75
Huile de lin	-5,25	9,37	4,12	1,64	3,67	5,31	0,89	16,63	17,52
Huile d'olive	-5,38	6,99	1,61	1,68	2,59	4,27	0,91	14,46	15,37
Huile d'argan	-5,23	-45,19	-50,42	1,64	-60,95	-59,32	0,89	-75,34	-74,45
	<i>T. hyalocarpa</i>			<i>A. niger</i>					
	ΔG^{LW}	ΔG^{AB}	ΔG^{Tot}	ΔG^{LW}	ΔG^{AB}	ΔG^{Tot}			
Bois non traité	-4,13	-12,58	-16,72	-10,21	-28,14	-38,35			
Huile de tournesol	-4,37	7,07	2,70	-10,82	-8,28	-19,10			
Huile de colza	-4,27	-0,28	-4,55	-10,56	-16,54	-27,10			
Huile de lin	-4,40	5,05	0,65	-10,91	-12,39	-23,30			
Huile d'olive	-4,51	3,12	-1,39	-11,18	-12,87	-24,05			
Huile d'argan	-4,39	-46,80	-51,19	-10,88	-59,41	-70,29			

D'après les résultats du Tableau 23, toutes les souches fongiques à l'exception de *P. crustosum* adhèrent théoriquement à la surface du bois de cèdre non traité avec des valeurs négatives de ΔG^{TOT} allant de -3,96 à -38,35 mJ/m². *P. crustosum* présente une valeur positive de ΔG^{TOT} de 6,73 mJ/m². Cette valeur reflète une absence de l'adhésion de cette dernière à la surface du bois non traité.

Le traitement de la surface du bois de cèdre avec l'huile de tournesol, de colza, de lin et l'huile d'olive a empêché l'adhésion des souches de *P. commune* (PDLd^o et PDLd10) et *T. hyalocarpa* dans la plupart des cas avec des valeurs positives de ΔG^{TOT} allant de 0,65 à 6,20

RÉSULTATS ET DISCUSSION

mJ/m². L'adhésion théorique de ces derniers semble toujours favorable dans quelques cas mais a diminué considérablement, notamment l'adhésion théorique de *P. commune* (PDLd'') et *T. hyalocarpa* après traitement du bois de cèdre avec l'huile de colza avec ΔG^{TOT} de -1,65 et -4,55 mJ/m², respectivement. L'huile de tournesol, de colza, de lin et l'huile d'olive ont présenté un faible impact sur l'adhésion théorique d'*A. niger* à la surface du bois de cèdre qui semble toujours favorable avec des valeurs de ΔG^{TOT} allant de -19,10 à -27,10 mJ/m². L'huile d'argan quant à elle a favorisé l'adhésion de toutes les souches fongiques. Théoriquement, les souches fongiques après traitement avec l'huile d'argan adhèrent plus qu'avant traitement.

Par cette étude théorique, nous cherchons également à identifier les interactions impliquées dans le phénomène de l'adhésion. En effet, l'adhésion théorique de *P. commune* (PDLd''), *T. hyalocarpa* et *A. niger* à la surface du bois non traité semble être gouvernée aussi bien par des interactions acido-basiques que par des interactions de Van der Waals ($\Delta G^{AB} < 0$ et $\Delta G^{LW} < 0$) alors que l'adhésion des souches de *P. commune* (PDLd10) est gouvernée uniquement par des interactions acido-basiques de courte portée ($\Delta G^{AB} < 0$ et $\Delta G^{LW} > 0$). Généralement, les interactions acido-basiques affectent le phénomène de l'adhésion plus que celles de Van der Waals dans le phénomène de l'adhésion ($\Delta G^{AB} > \Delta G^{LW}$). Après traitement avec l'huile de tournesol, de colza, de lin et l'huile d'olive, les valeurs de ΔG^{AB} ont connu une augmentation alors que celle de ΔG^{LW} ont resté relativement stable ce qui implique que les valeurs de ΔG^{TOT} sont influencées principalement par des interactions acido-basiques répulsives. Des valeurs négatives de ΔG^{LW} ont été observé pour les souches de *P. commune* (PDLd''), *T. hyalocarpa* et *A. niger*, ce qui signifie que les interactions de type Van der Waals peuvent contribuer à leur adhésion. L'adhésion théorique des cinq souches fongiques à la surface du bois traité avec de l'huile d'argan est influencée principalement par des interactions acido-basiques attractives (l'adhésion de *P. commune* (PDLd''), *T. hyalocarpa* et *A. niger* est gouvernée par les deux types d'interaction alors que celle de *P. commune* (PDLd10) et *P. crustosum* est gouvernée uniquement par des interactions acido-basiques). Ainsi, nous pouvons conclure que l'adhésion théorique peut être gouvernée par les deux types d'interaction avec une influence remarquable pour les interactions acido-basiques. C'est en fait ce que nous avons pu mettre en évidence dans notre étude (Annexe 1) par la présence d'une corrélation positive entre l'énergie libre d'interaction acide-base de Lewis ΔG^{AB} et l'énergie libre totale de l'adhésion ΔG^{TOT} des souches fongiques testées à la surface du bois de cèdre (Figure 17).

RÉSULTATS ET DISCUSSION

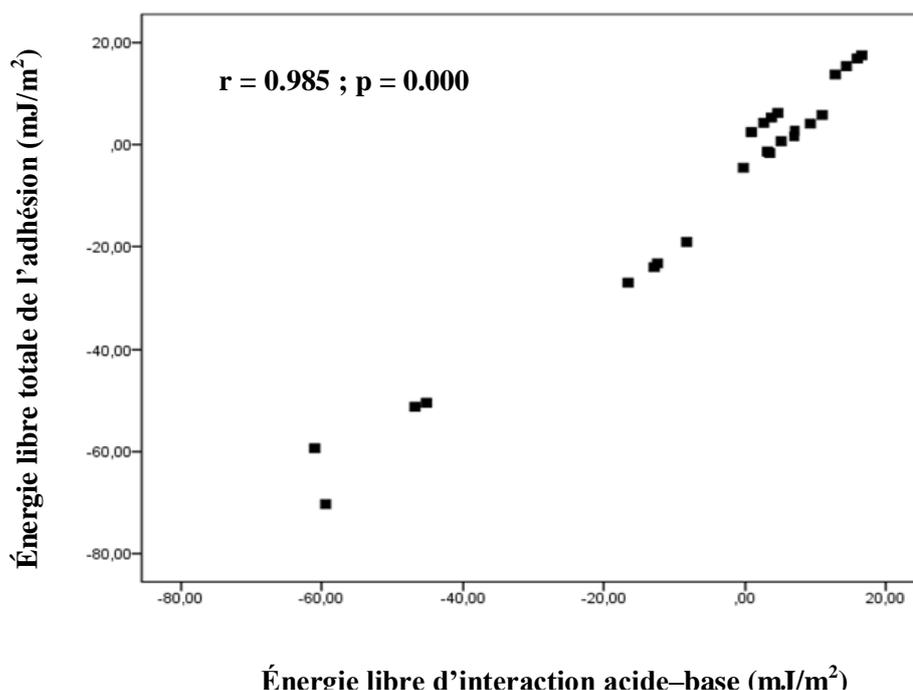


Figure 17 : Corrélation positive entre l'énergie libre d'interaction acide–base de Lewis ΔG^{AB} et l'énergie libre totale de l'adhésion ΔG^{TOT} des souches fongiques sur le bois de cèdre traité avec les différentes huiles végétales.

La Figure 17 indique que la corrélation entre l'énergie libre d'interaction acide–base ΔG^{AB} et l'énergie libre totale de l'adhésion ΔG^{TOT} est très significative ($p = 0,000 < 0,001$). Autrement dit, ce type d'interaction est fortement corrélé avec l'énergie libre totale de l'adhésion ($r = 0,985$) et joue un rôle primordial dans le phénomène de l'adhésion théorique. De plus, nous avons pu mettre en évidence la présence également d'une corrélation significative ($p = 0,015 < 0,05$) entre l'énergie libre d'interaction de Lifshitz–Van der Waals et l'énergie libre totale de l'adhésion ΔG^{TOT} . Cependant, les interactions de Lifshitz–Van der Waals ne sont pas fortement corrélées ($r = 0,490$) avec l'énergie libre totale de l'adhésion comparativement aux interactions acide–base ($r = 0,985$).

RÉSULTATS ET DISCUSSION

1.2. Les huiles essentielles

Dans cette partie, nous avons étudié l'effet des huiles essentielles sur l'adhésion théorique des souches fongiques testées. Les résultats de l'énergie totale de l'adhésion des souches fongiques sur le bois de cèdre avant et après traitement ainsi que ses composantes acido-basiques et Lifshitz –Van der Waals sont présentés dans le Tableau 24.

Tableau 24 : Energies libres d'interaction de Lifshitz–Van der Waals, acide–base de Lewis et l'énergie libre totale de l'adhésion des souches fongiques sur le bois de cèdre traité et non traité avec les différentes huiles essentielles (en mJ/m^2).

	<i>P. commune</i> (PDLd ^o)			<i>P. commune</i> (PDLd10)			<i>P. crustosum</i>		
	ΔG^{LW}	ΔG^{AB}	ΔG^{Tot}	ΔG^{LW}	ΔG^{AB}	ΔG^{Tot}	ΔG^{LW}	ΔG^{AB}	ΔG^{Tot}
Bois non traité	-4,91	-9,79	-14,70	1,5	-5,50	-3,96	0,82	5,91	6,73
<i>M. pulegium</i>	-5,37	39,62	34,25	1,68	18,36	20,04	0,90	30,59	31,49
<i>R. officinalis</i>	-5,22	7,17	1,95	1,63	2,81	4,44	0,87	12,82	13,69
<i>C. atlantica</i>	-5,18	0,68	-4,50	1,62	-0,39	1,23	0,86	10,37	11,24
<i>C. odorata</i>	-5,38	32,70	27,32	1,68	15,05	16,73	0,90	26,76	27,66
	<i>T. hyalocarpa</i>			<i>A. niger</i>					
	ΔG^{LW}	ΔG^{AB}	ΔG^{Tot}	ΔG^{LW}	ΔG^{AB}	ΔG^{Tot}			
Bois non traité	-4,13	-12,58	-16,72	-10,21	-28,14	-38,35			
<i>M. pulegium</i>	-4,52	33,85	29,32	-11,17	17,74	6,57			
<i>R. officinalis</i>	-4,39	3,85	-0,54	-10,85	-9,63	-20,47			
<i>C. atlantica</i>	-4,36	-2,51	-6,87	-10,77	-17,07	-27,84			
<i>C. odorata</i>	-4,53	27,46	22,93	-11,18	11,98	0,80			

D'après le Tableau 24, l'adhésion théorique des souches fongiques à la surface du bois de cèdre traité avec l'huile de *M. pulegium* et *C. odorata* est devenue défavorable ($\Delta G^{TOT} > 0$) et influencée essentiellement par des interactions acido-basiques répulsives. Cependant, des interactions de Van der Waals peuvent aussi contribuer notamment pour l'adhésion de *P. commune* (PDLd^o), *T. hyalocarpa* et *A. niger* ($\Delta G^{LW} < 0$). Le comportement adhésif des

RÉSULTATS ET DISCUSSION

souches fongiques après traitement du bois avec l'huile de *R. officinalis* diffère d'une souche à l'autre. En effet, l'adhésion de *P. commune* (PDLd10) et *P. crustosum* est devenue défavorable régie par des interactions acido-basiques répulsives. L'adhésion de *P. commune* (PDLd^o) et *T. hyalocarpa* est très faible voir défavorable avec des valeurs de ΔG^{TOT} de 1,95 et -0,54 mJ/m², respectivement alors celle d'*A. niger* reste théoriquement toujours favorable gouvernée par les deux types d'interactions. La surface du bois traité avec l'huile de *C. atlantica* est surface favorise l'adhésion des souches fongiques principalement celle de *P. commune* (PDLd^o), *T. hyalocarpa* et *A. niger*. De même, nous pouvons ainsi conclure que les interactions acide–base corrént positivement avec l'énergie libre totale de l'adhésion ($r = 0,964$) et que cette corrélation est très significative ($p = 0,000 < 0,001$) (Figure 18). Une corrélation significative a été révélée entre l'énergie libre d'interaction de Lifshitz–Van der Waals et l'énergie libre totale de l'adhésion ($p = 0,029 < 0,05$) (Annexe 2). Cependant, cette dernière n'est pas aussi forte ($r = 0,489$) que celle des interactions acido-basiques avec l'énergie libre totale de l'adhésion. Cela explique la contribution, dans certains cas, des interactions de Lifshitz–Van der Waals en plus des interactions acido-basiques dans le phénomène de l'adhésion théorique.

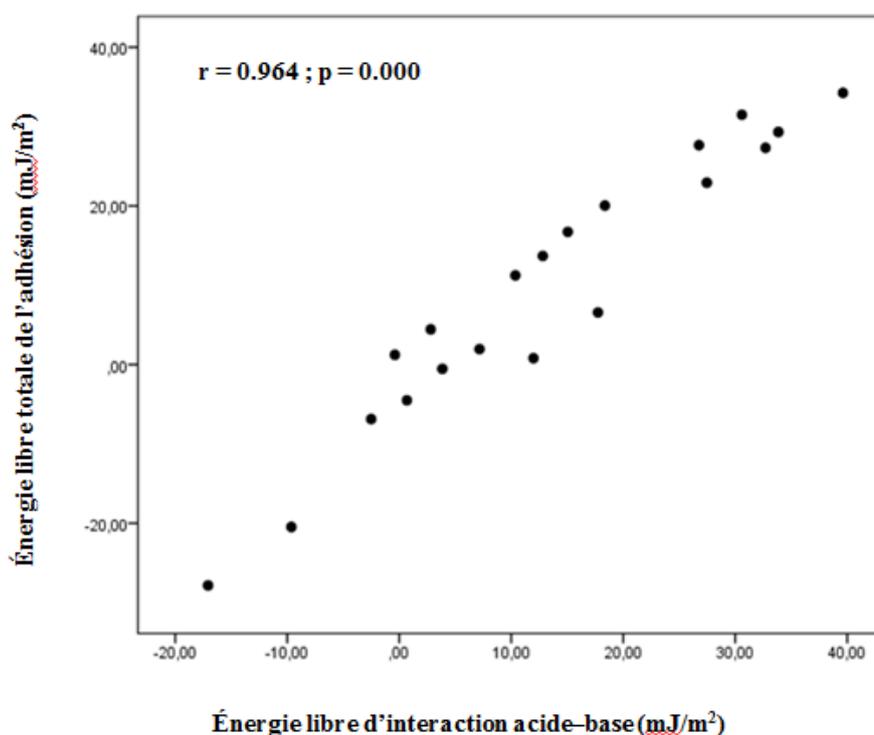


Figure 18 : Corrélation positive entre l'énergie libre d'interaction acide–base de Lewis ΔG^{AB} et l'énergie libre totale de l'adhésion ΔG^{TOT} des souches fongiques sur le bois de cèdre traité avec les différentes huiles essentielles.

RÉSULTATS ET DISCUSSION

2. Effet des huiles sur l'adhésion expérimentale des spores fongiques

2.1. Les huiles végétales

Toutes les souches fongiques étudiées ont dévoilé une capacité d'adhérence à la surface du bois de cèdre avec des pourcentages d'adhésion variant entre 26,78 et 13,95%. Les spores fongiques ont montré généralement le même comportement adhésif, on les trouve libre, en paire, en chaîne et en amas à la surface du bois de cèdre. Des résultats similaires ont été trouvés par (Barkai et al., 2016c; El Abed et al., 2013; Sadiki et al., 2015b) qui ont également rapporté la dispersion des souches fongiques à la surface du bois de cèdre.

Ayant un caractère hydrophobe, le bois de cèdre est donc un matériau favorable à l'adhésion microbienne. De même pour les microorganismes, plus ils sont hydrophobes, meilleure est leur adhésion (Van Loosdrecht et al., 1987). En effet, les surfaces hydrophobes attirent les microorganismes ayant un caractère hydrophobe c'est ce qu'on appelle le phénomène d'attraction hydrophobe où les molécules d'eau du milieu environnent restent emprisonnées entre les deux surfaces favorisant ainsi leur rapprochement. Au contraire, un phénomène de répulsion hydrophile peut avoir lieu entre des surfaces et des microorganismes hydrophiles dû à la formation d'une couche d'eau organisée en réseau à la surface du support résultante des liaisons hydrogènes qui peuvent avoir lieu entre les molécules d'eau du milieu et les groupements fonctionnels polaires du support. Dans notre cas, toutes les souches fongiques de propriété hydrophile ont adhéré à la surface hydrophobe du bois de cèdre. Par ce fait, la théorie qui dit que les microorganismes hydrophobes adhèrent plus aux surfaces hydrophobes que les microorganismes hydrophiles n'a pas été respectée. Ces résultats peuvent être expliqués par le fait que l'adhésion microbienne ne dépend pas uniquement de l'hydrophobicité mais aussi des interactions acides-bases (McEldowney and Fletcher, 1986; Pratt-Terpstra et al., 1988; Sjollem et al., 1990).

D'après les résultats du Tableau 25 et des Figures 19-23, l'adhésion des cinq souches étudiées a été influencée après traitement avec l'huile d'olive. En effet, l'adhésion des souches de *Penicillium* à la surface du bois de cèdre traité avec l'huile d'olive a baissé d'environ 50% par rapport au bois non traité. Cependant, une légère baisse a été enregistrée pour les souches de *T. hyalocarpa* et *A. niger*. L'huile de tournesol et l'huile de colza ont exercé le même effet sur l'adhésion des souches fongiques, elles ont présenté un effet antiadhésif important contre *P. commune* (PDLd10), *P. crustosum* et *A. niger*. L'adhésion de *P. commune* (PDLd10) a diminué de 60% pour l'huile de tournesol et 70% pour l'huile de colza, celle d'*A. niger* a diminué de 55% pour l'huile de tournesol et 50% pour l'huile de colza alors que l'adhésion de

RÉSULTATS ET DISCUSSION

P. crustosum a diminué de 50% pour l'huile de tournesol et 30% pour l'huile de colza. Ces deux huiles n'ont présenté aucun effet antiadhésif contre les souches de *P. commune* (PDLd'') et *T. hyalocarpa*. L'huile de lin a également montré un effet antiadhésif contre toutes les souches fongiques à l'exception de *P. commune* (PDLd10). L'adhésion de *P. commune* (PDLd''), *T. hyalocarpa* et d'*A. niger* à la surface du bois de cèdre traité avec l'huile de lin a baissé d'environ 50% et de 20% pour *P. crustosum*. L'huile d'argan quant à elle n'a aucun effet antiadhésif vis-à-vis des souches fongiques étudiées.

La surface du bois de cèdre traité avec les différentes huiles végétales a toujours gardé son caractère hydrophobe donc c'est une surface qui est favorable à l'adhésion. Toutefois, l'adhésion des souches fongiques a moyennement baissé avec l'utilisation des huiles végétales à l'exception de l'huile d'argan. De ce fait, l'adhésion des souches fongiques peut être expliquée par la légère augmentation du caractère donneur d'électrons induisant une répulsion entre la surface du bois traité et les spores fongiques tous les deux chargés négativement. Or, aucune corrélation statistiquement significative entre les interactions acide-base et l'adhésion expérimentale ($p=0.098$) ou entre les interactions de Lifshitz-Van der Waals et l'adhésion expérimentale ($p = 0.880$) n'a été révélée (Annexe 1). Ce fait doit être interprété prudemment, et donc cela semble en faveur de l'implication d'autres facteurs sur l'adhésion expérimentale des souches fongiques après traitement avec les huiles végétales reflétant le caractère multifactoriel de l'adhésion microbienne.

En résumé et d'après les résultats obtenus dans cette partie, l'effet antiadhésif des huiles végétales est souche fongique-dépendant aussi bien qu'huile-dépendant. En effet, l'huile de tournesol et de colza ont montré une bonne activité antiadhésive contre les souches de *P. commune* (PDLd10), *P. crustosum* et *A. niger*. L'huile de lin a influencé positivement sur l'adhésion de *P. commune* (PDLd''), *T. hyalocarpa* et *A. niger* alors que l'huile d'olive a exercé un effet antiadhésif contre *P. commune* (PDLd'') et PDLd10) et *P. crustosum*.

RÉSULTATS ET DISCUSSION

Tableau 25 : Pourcentage de spores adhérees à la surface du bois avant et après traitement avec les différentes huiles végétales.

	<i>P. commune</i> (PDLd ⁷)	<i>P. commune</i> (PDLd10)	<i>P. crustosum</i>	<i>T. hyalocarpa</i>	<i>A. niger</i>
Bois non traité	26,78	22,48	22,30	13,95	22,32
L'huile de tournesol	28,49	8,10	10,74	20,96	9,09
L'huile de colza	36,86	6,05	15,46	31,73	11,31
L'huile de lin	13,72	36,65	18,23	5,72	12,56
L'huile d'olive	12,54	10,91	9,13	10,31	18,91
L'huile d'argan	30,71	28,39	NE	22,42	24,76

RÉSULTATS ET DISCUSSION

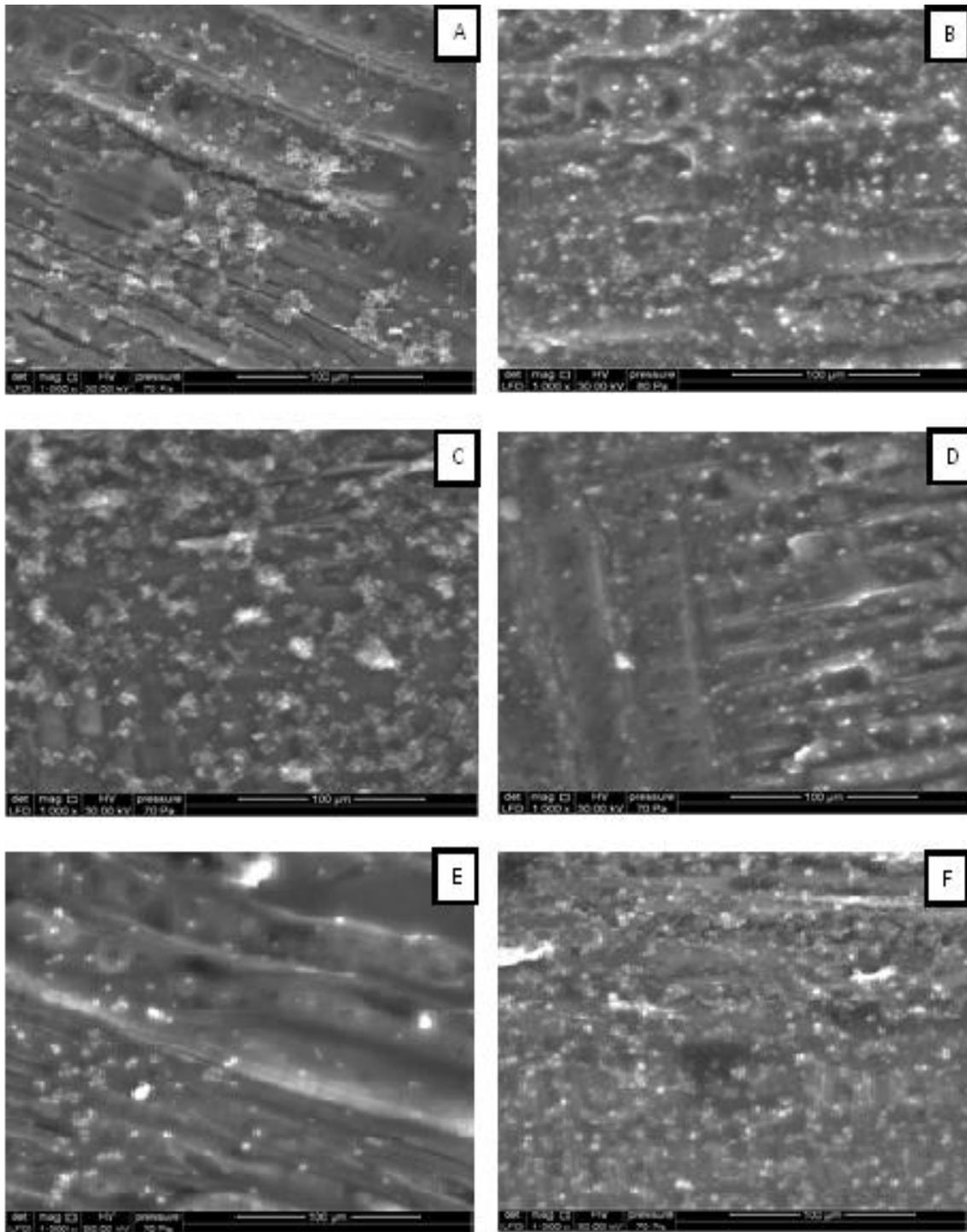


Figure 19 : Clichés microscopiques de *P. commune* (PDLd'') à la surface du bois de cèdre traité avec les huiles végétales (A)bois non traité,(B)bois traité avec HT,(C)bois traité avec HCz,(D)bois traité avec HL,(E)bois traité avec HO,(F)bois traité avec HA($\times 1000$).

RÉSULTATS ET DISCUSSION

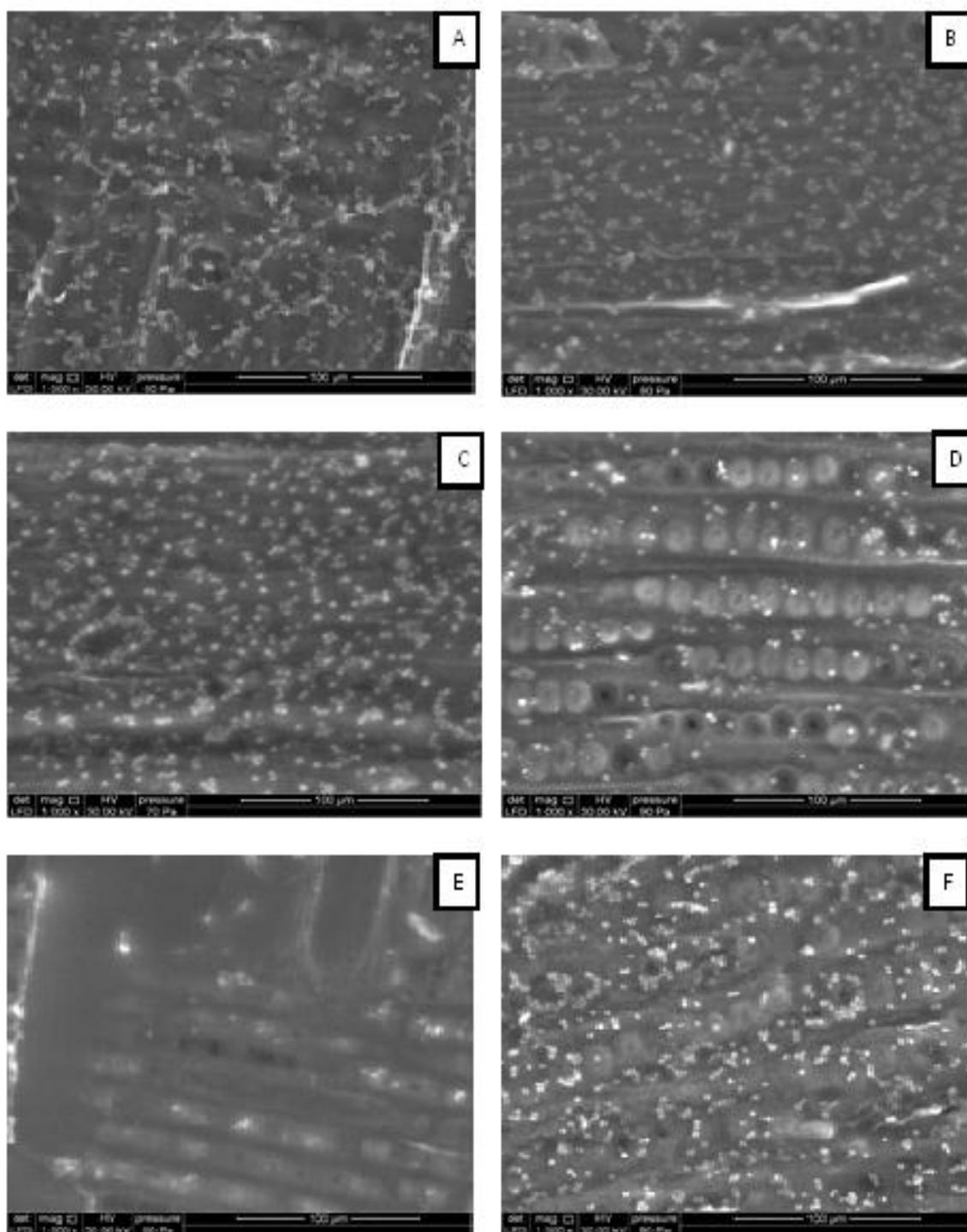


Figure 20 : Clichés microscopiques de *P. commune* (PDLd10) à la surface du bois de cèdre traité avec les huiles végétales (A)bois non traité,(B)bois traité avec HT,(C)bois traité avec HCz,(D)bois traité avec HL,(E)bois traité avec HO,(F)bois traité avec HA($\times 1000$).

RÉSULTATS ET DISCUSSION

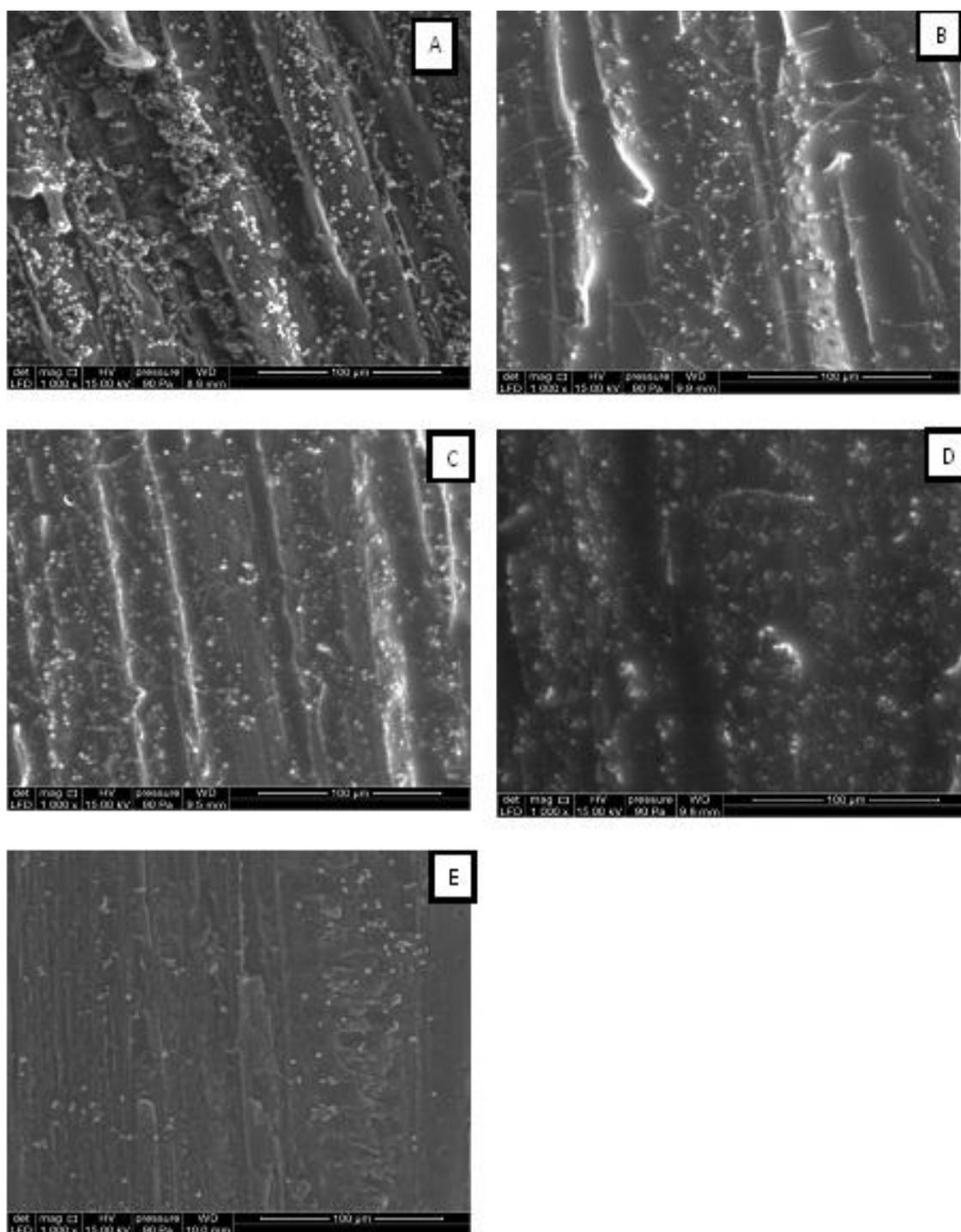


Figure 21 : Clichés microscopiques de *P. crustosum* à la surface du bois de cèdre traité avec les huiles végétales (A) bois non traité, (B) bois traité avec HT, (C) bois traité avec HCz, (D) bois traité avec HL, (E) bois traité avec HO ($\times 1000$).

RÉSULTATS ET DISCUSSION

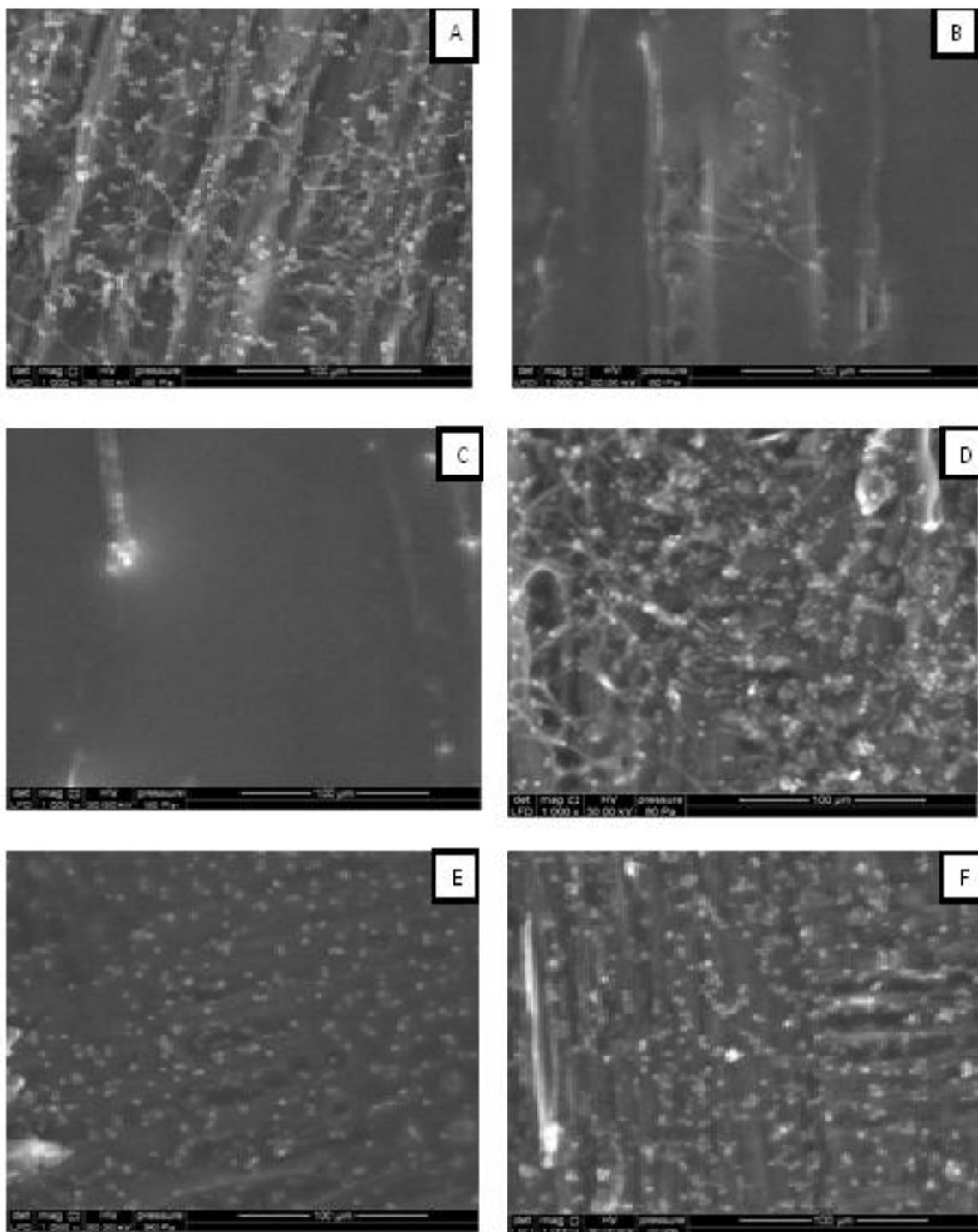


Figure 22 : Clichés microscopiques de T. hyalocarpa à la surface du bois de cèdre traité avec les huiles végétales (A)bois non traité, (B)bois traité avec HT, (C)bois traité avec HCz, (D)bois traité avec HL, (E)bois traité avec HO, (F)bois traité avec HA(×1000).

RÉSULTATS ET DISCUSSION

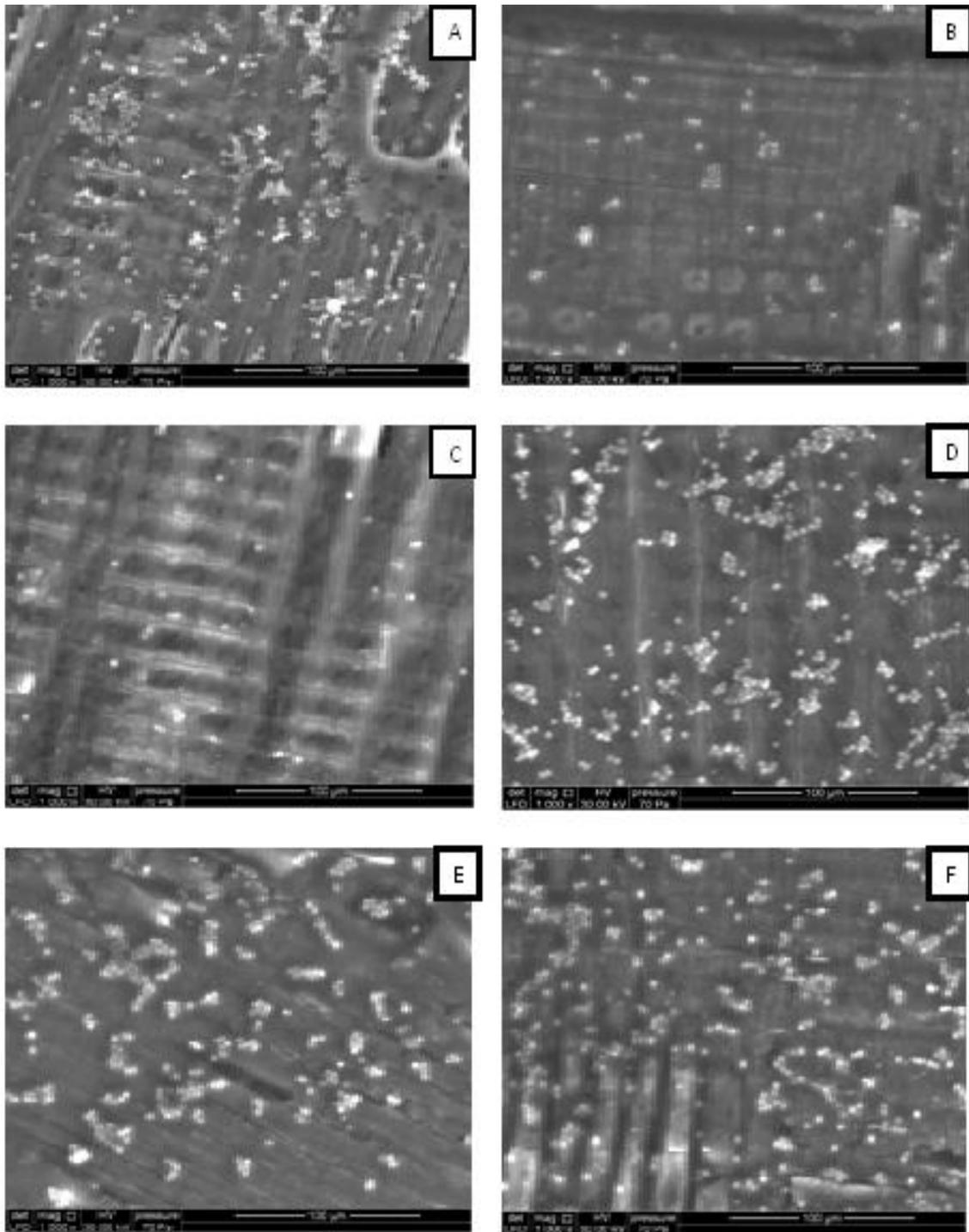


Figure 23 : Clichés microscopiques d'*A. niger* à la surface du bois de cèdre traité avec les huiles végétales (A)bois non traité, (B)bois traité avec HT, (C)bois traité avec HCz, (D)bois traité avec HL, (E)bois traité avec HO, (F)bois traité avec HA($\times 1000$).

RÉSULTATS ET DISCUSSION

2.2. Les huiles essentielles

D'après le Tableau 26, toutes les huiles essentielles ont montré un effet antiadhésif contre les souches fongiques étudiées à l'exception de *T. hyalocarpa*. L'adhésion d'*A. niger* a baissé d'environ 90% après traitement de la surface du bois de cèdre avec l'huile de *M. pulegium*, *R. officinalis* et *C. odorata*. L'huile de *C. atlantica* a présenté un faible effet antiadhésif contre la souche d'*A. niger*. L'huile de *M. pulegium* a présenté un effet antiadhésif remarquable contre les souches de *Penicillium*. En effet, l'adhésion de *P. commune* (PDLd10) et *P. crustosum* a baissé de 70%. L'huile de *R. officinalis* a dévoilé le même effet avec une baisse d'environ 30% pour les trois souches de *Penicillium*. L'huile de *C. atlantica* a montré une bonne activité antiadhésive contre *P. commune* (PDLd'') et *P. crustosum* avec une diminution de 50% des souches adhérees. Un effet important a été relevé après utilisation de l'huile de *C. odorata* sur l'adhésion de *P. commune* (PDLd''), *P. commune* (PDLd10) et *P. crustosum* avec une diminution de 80%, 75% et 30% des souches adhérees respectivement.

La surface du bois de cèdre est devenue hydrophile après traitement direct avec l'huile essentielle de *M. pulegium* et *C. odorata* et donc, elle est moins favorable à l'adhésion des souches fongiques. Contrairement à l'huile de *M. pulegium* et *C. odorata*, l'huile essentielle de *R. officinalis* et *C. atlantica* ont gardé le caractère hydrophobe ce qui rend la surface du bois favorable au phénomène d'adhésion. Cela justifie le fait que l'adhésion de certaines souches fongiques a beaucoup baissé après traitement avec l'huile de *M. pulegium* et *C. odorata* qu'avec l'huile de *R. officinalis* et *C. atlantica*. Autre que l'hydrophobicité de la surface de bois, l'augmentation du caractère donneur d'électrons après traitement peut contribuer à la diminution de l'adhésion des souches fongiques. Cependant, et de même qu'après traitement par les huiles végétales, ni les interactions acide-base ($p = 0,579$) ni les interactions de Lifshitz–Van der Waals ($p = 0,312$) n'ont montré de corrélation statistiquement significative avec l'adhésion expérimentale (Annexe 2).

En résumé, et d'après les résultats obtenus dans cette partie, l'huile essentielle de *M. pulegium* a montré un effet antiadhésif important contre *P. commune* (PDLd10), *P. crustosum* et *A. niger*. L'huile de *R. officinalis* a dévoilé une bonne activité contre *A. niger*. Un meilleur effet antiadhésif contre *P. commune* (PDLd10) et *A. niger* a été noté pour l'huile de *C. odorata* et contre *P. commune* (PDLd'') et *P. crustosum* pour l'huile de *C. atlantica* (Figures 24-28).

RÉSULTATS ET DISCUSSION

Tableau 26 : Pourcentage de spores adhérees à la surface du bois avant et après traitement avec les différentes huiles essentielles.

	<i>P. commune</i> (PDLd ⁷)	<i>P. commune</i> (PDLd10)	<i>P. crustosum</i>	<i>T. hyalocarpa</i>	<i>A. niger</i>
Bois non traité	26,78	22,48	22,30	13,95	22,32
<i>M. pulegium</i>	17,83	7,08	6,84	16,41	1,66
<i>R. officinalis</i>	18,68	15,44	16,06	14,32	1,84
<i>C. atlantica</i>	12,23	19,33	10,45	21,7	19,78
<i>C. odorata</i>	4,62	5,45	15,26	19,51	1,63

Les résultats expérimentaux obtenus de l'effet des huiles végétales et essentielles sur l'adhésion des spores fongiques ne sont pas en totale concordance avec la prédiction théorique réalisée par XDLVO. En effet, il n'y a pas de corrélation significative entre l'adhésion théorique (l'énergie totale de l'adhésion) et expérimentale après traitement avec les huiles végétales et essentielles ($p > 0.05$) (Annexes 1-2). Selon (Bayoudh et al., 2006), cette différence entre les deux études est due aux interactions biologiques mises en places lors de la première étape de l'adhésion et qui ne sont pas pris en considération dans l'approche théorique de l'adhésion XDLVO. Cette dernière ne prend en considération que les interactions de Lifshitz-Van der Waals et acido-basiques. Des hétérogénéités chimiques du milieu environnant peuvent être aussi la cause de cette convergence entre l'étude théorique et expérimentale de l'adhésion (Chen et al., 2001).

L'effet des huiles végétales et essentielles étudiées est souche et huile-dépendant. En effet, chaque huile possède une activité antiadhésive appropriée à une souche donnée. Ainsi, il est difficile de déterminer une huile qui a un effet antiadhésif contre les cinq souches fongiques étudiées à la fois. Les huiles végétales et essentielles ont toutes les deux montré une activité antiadhésive. Cependant, les huiles essentielles ont, généralement, un meilleur effet que les huiles végétales. De ce fait, nous avons pensé à mélanger les deux huiles et étudier leur effet aussi bien sur les propriétés de surface de bois de cèdre que sur l'adhésion des souches fongiques.

RÉSULTATS ET DISCUSSION

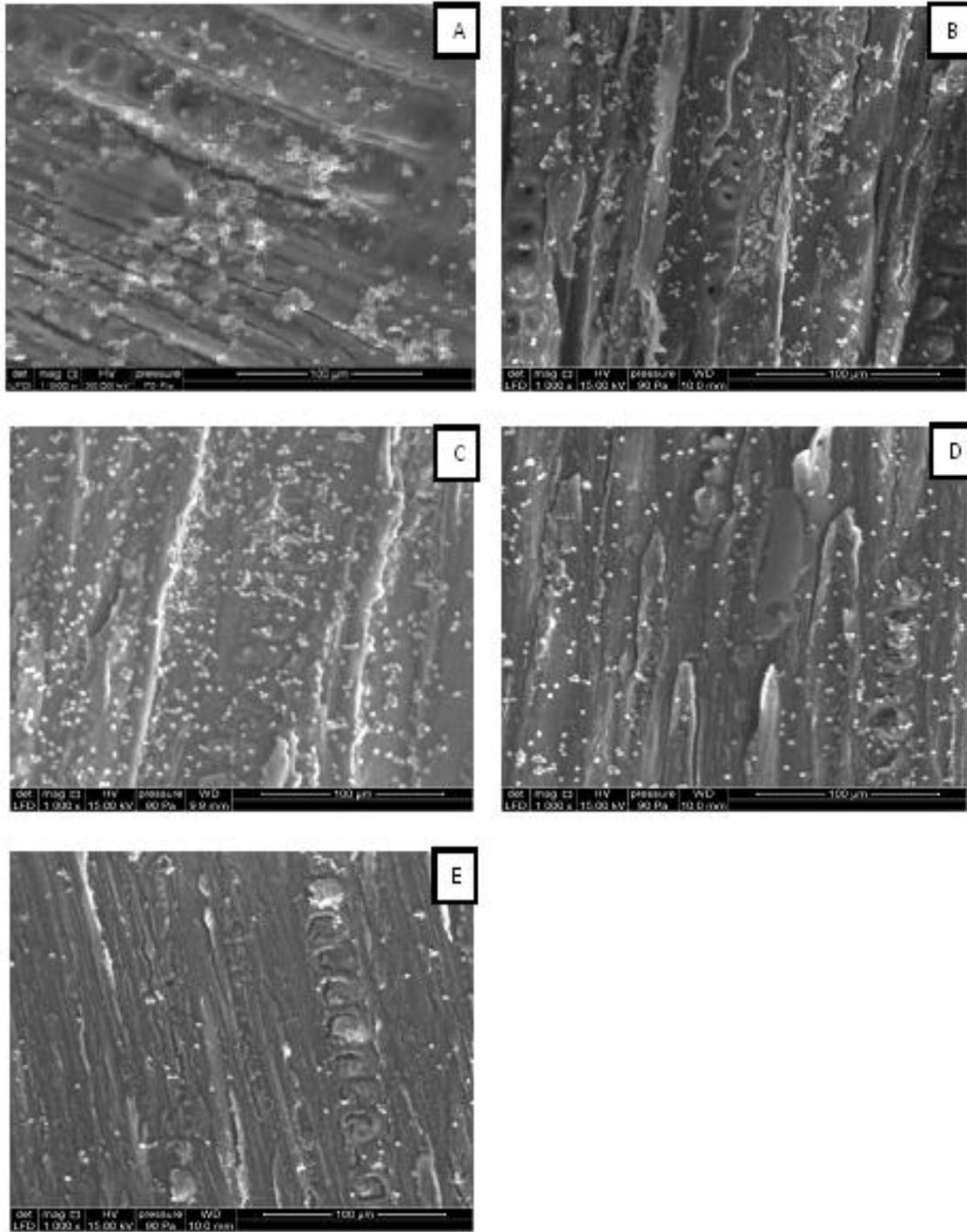


Figure 24 : Clichés microscopiques de *P. commune* (PDLd'') à la surface du bois de cèdre traité avec les huiles essentielles (A)bois non traité,(B)bois traité avec HM, (C)bois traité avec HR, (D)bois traité avec HC,(E)bois traité avec HCO($\times 1000$).

RÉSULTATS ET DISCUSSION

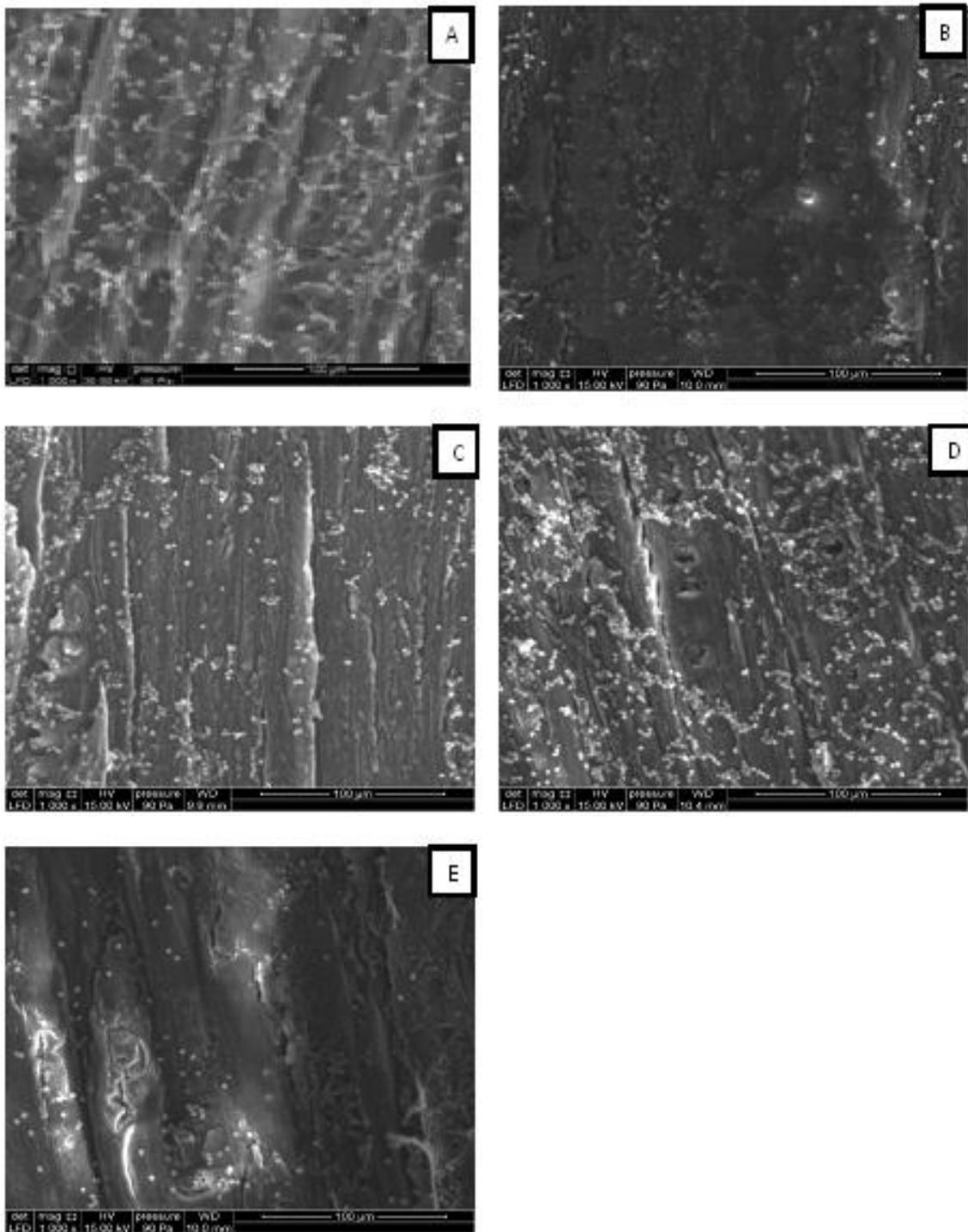


Figure 25 : Clichés microscopiques de P. commune (PDLd10) à la surface du bois de cèdre traité avec les huiles essentielles (A)bois non traité, (B)bois traité avec HM, (C)bois traité avec HR, (D)bois traité avec HC, (E)bois traité avec HCO ($\times 1000$).

RÉSULTATS ET DISCUSSION

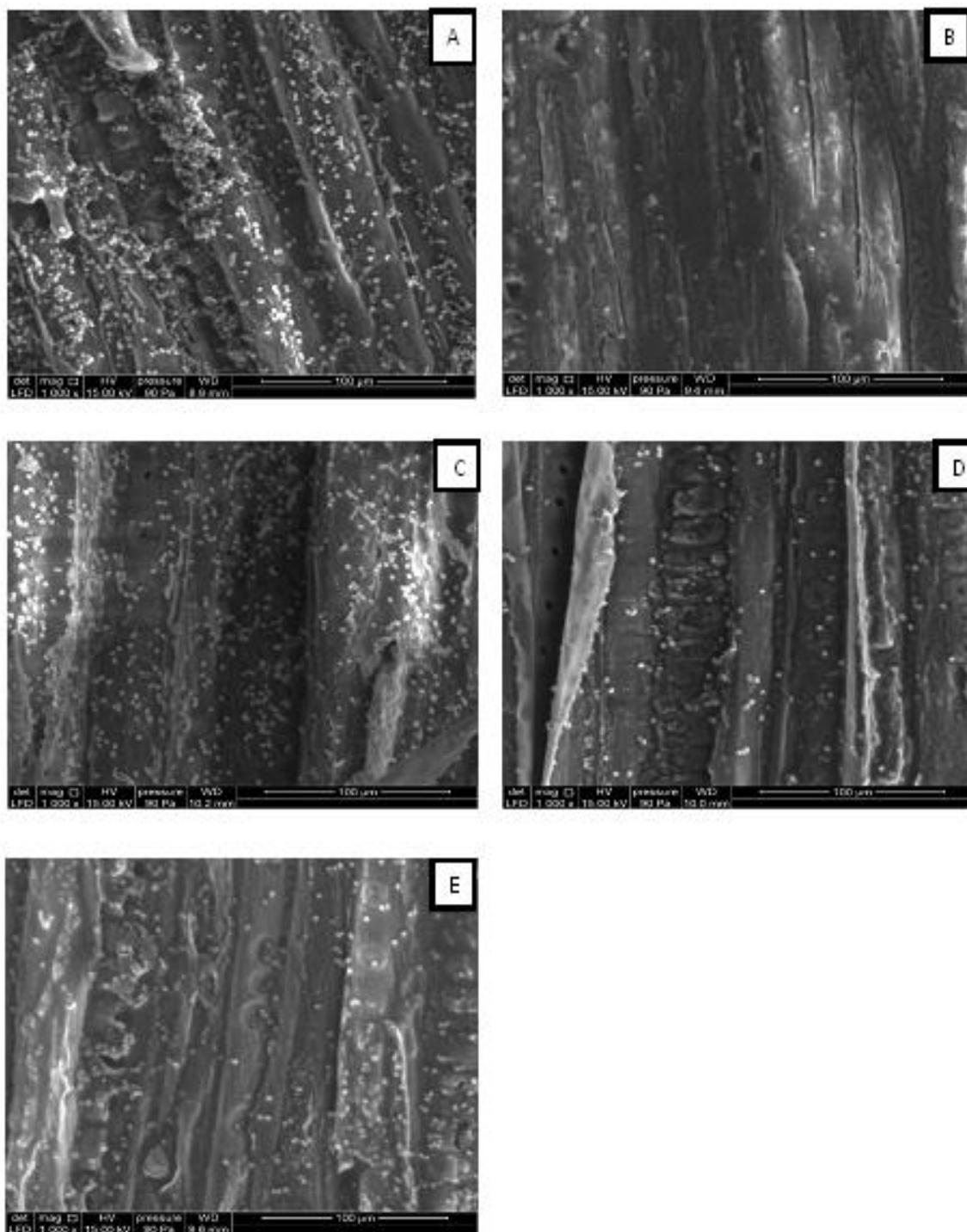


Figure 26 : Clichés microscopiques de *P. crustosum* à la surface du bois de cèdre traité avec les huiles essentielles (A)bois non traité, (B)bois traité avec HM, (C)bois traité avec HR, (D)bois traité avec HC, (E)bois traité avec HCO ($\times 1000$).

RÉSULTATS ET DISCUSSION

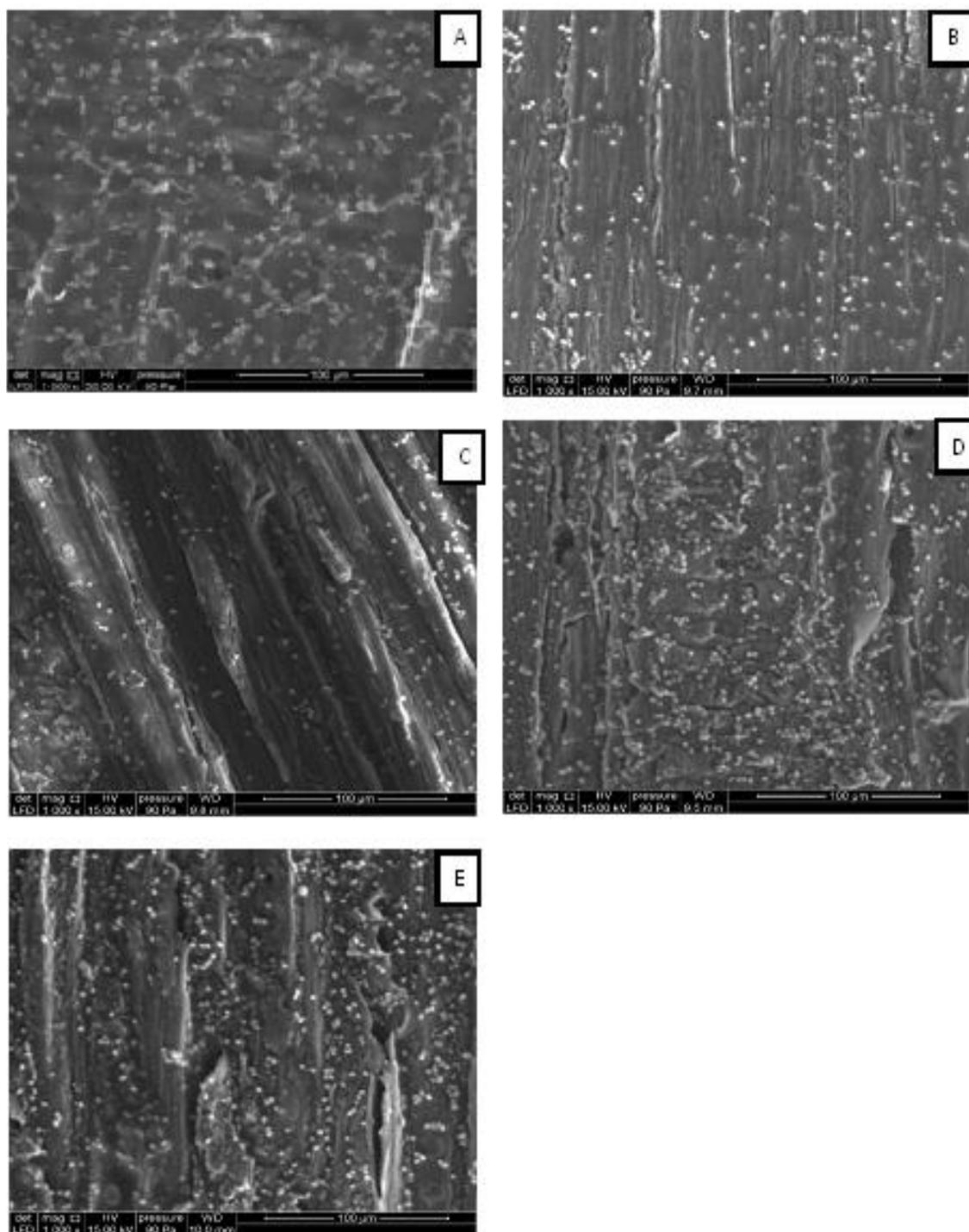


Figure 27 : Clichés microscopiques de *T. hyalocarpa* à la surface du bois de cèdre traité avec les huiles essentielles (A)bois non traité, (B)bois traité avec HM, (C)bois traité avec HR, (D)bois traité avec HC, (E)bois traité avec HCO ($\times 1000$).

RÉSULTATS ET DISCUSSION

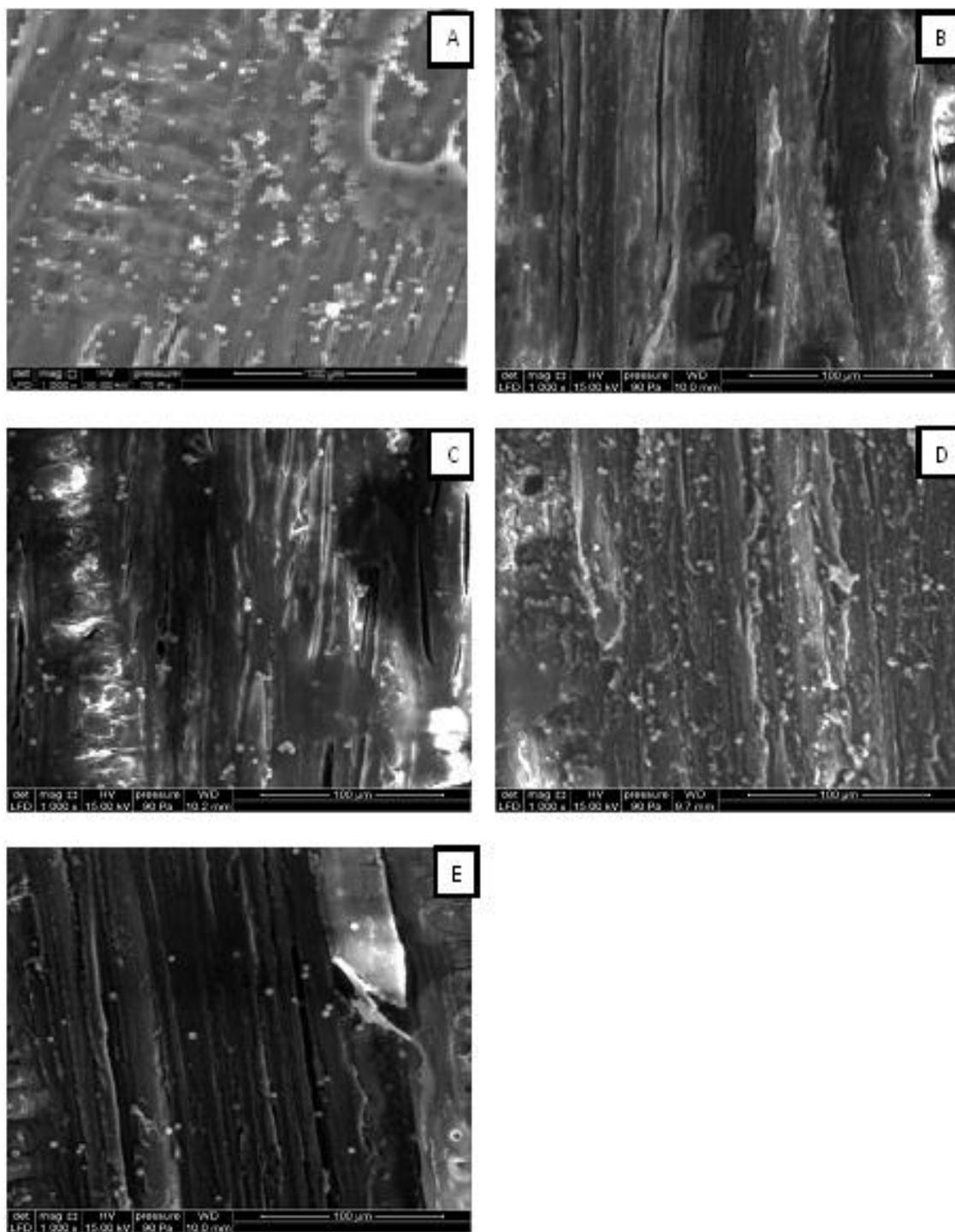


Figure 28 : Clichés microscopiques d’A. niger à la surface du bois de cèdre traité avec les huiles essentielles (A)bois non traité, (B)bois traité avec HM, (C)bois traité avec HR, (D)bois traité avec HC, (E)bois traité avec HCO (×1000).

RÉSULTATS ET DISCUSSION

V. Conception d'une formulation écologique pour protéger le bois de cèdre et empêcher la formation des biofilms

Dans cette partie de thèse, nous nous sommes focalisés à développer un mélange à base d'huiles végétales et essentielles. Un mélange conférant au bois de cèdre une hydrophobicité maximale avec un caractère donneur d'électrons important pour assurer une bonne protection de bois contre l'ensemble des champignons causant sa dégradation. Pour cela, trois huiles végétales et trois huiles essentielles ont été sélectionnées pour former quinze mélanges ternaires différents. Nous avons choisi de mélanger les huiles essentielles et végétales à la fois pour leurs effets combinés sur le bois de cèdre. En effet, les huiles essentielles présentent un effet antimicrobien important d'une part, et d'autre part, elles ont la propriété d'augmenter considérablement le caractère donneur d'électrons de la surface du bois. Cependant les inconvénients de ces dernières sont qu'elles sont volatiles, couteuses et rendent la surface du bois hydrophile autrement dit perméable à l'eau et donc plus exposée aux attaques biologiques. Les huiles végétales quant à elles sont disponibles, non couteuses, non volatiles et confèrent au bois une barrière protectrice contre la pénétration de l'eau en maintenant son caractère hydrophobe.

Les huiles végétales retenues pour la poursuite de nos études sont l'huile de tournesol, de lin et d'olive alors que les huiles essentielles que nous avons gardées sont l'huile de *M. pulegium*, de *R. officinalis*, et de *C. atlantica*. Ces huiles ont montré un effet antiadhésif modéré contre les cinq souches fongiques étudiées.

1. Caractérisation physico-chimique de la surface du bois de cèdre après traitement avec les différents mélanges et détermination des modèles mathématiques

Pour chaque mélange donné, dix préparations ont été réalisées suivant la matrice d'expérience d'un plan de mélange centré augmenté (Tableau 8). L'effet de ces préparations sur les propriétés de surface du bois de cèdre particulièrement l'hydrophobicité quantitative et le caractère donneur d'électrons du bois ont été évalués en mesurant les angles de contact. Une analyse statistique des résultats expérimentaux obtenus a été effectuée afin de choisir le modèle mathématique adéquat pour chaque mélange et chaque réponse. Le choix de ce modèle a été basé sur sa validation statistique par l'analyse de la variance (ANOVA) ainsi que son coefficient de détermination R^2 . Les Tableaux 27 et 28 regroupent les modèles de l'hydrophobicité quantitative et du caractère donneur d'électrons, respectivement accompagnés de leurs coefficients R^2 et de la *P-value* pour l'ensemble des mélanges étudiés.

RÉSULTATS ET DISCUSSION

Tableau 27 : Modèles prédictifs de l'hydrophobicité quantitative pour les mélanges d'huiles étudiés.

Mélange	Modèle	R ²	P-value
1	$\Delta G_{iwi} = -29,7 \times HO^{***} - 46,065 \times HT^{***} - 0,376 \times HM + 16,513 \times HO.HT$ $+ 49,311 \times HO.HM^* + 66,261 \times HT.HM^{**}$	0,8889	0,0000
2	$\Delta G_{iwi} = -29,315 \times HO^{***} - 44,945 \times HT^{***} - 48,521 \times HC^{***}$ $+ 20,638 \times HO.HT + 84,306 \times HO.HC^* + 63,327 \times HT.HC^*$ $+ 182,431 \times HO.HT.HC^*$	0,8318	0,0010
5	$\Delta G_{iwi} = -26,942 \times HO^{***} - 11,65 \times HL - 2,237 \times HM - 19,644 \times HO.HL$ $+ 52,22 \times HO.HM + 33,044 \times HL.HM$ $- 193,176 \times HO.HL.HM$	0,7308	0,0172
6	$\Delta G_{iwi} = -28,19 \times HO^{***} - 15,014 \times HL^* - 12,435 \times HR^* - 28,869 \times HO.HL$ $- 95,751 \times HO.HR^{**} - 70,878 \times HL.HR^*$ $- 301,438 \times HO.HL.HR$	0,8298	0,0011
7	$\Delta G_{iwi} = -27,825 \times HO^{***} - 48,156 \times HC^{***} - 13,518 \times HR^*$ $+ 88,017 \times HO.HC^{**} - 97,187 \times HO.HR^{**} + 9,351 \times HC.HR$ $- 467,010 \times HO.HC.HR^*$	0,8384	0,00008
8	$\Delta G_{iwi} = -27,972 \times HO^{***} - 46,756 \times HC^{***} - 3,544 \times HM + 90,52 \times HO.HC^{***}$ $+ 47,545 \times HO.HM^* + 20,857 \times HC.HM$ $- 286,796 \times HO.HC.HM^*$	0,9213	0,0000
9	$\Delta G_{iwi} = -27,883 \times HO^{***} - 3,873 \times HM - 13,706 \times HR^* + 53,283 \times HO.HM^*$ $- 91,463 \times HO.HR^{**} - 58,763 \times HM.HR^{**}$	0,8746	0,0000
10	$\Delta G_{iwi} = -14,202 \times HL^{**} - 2,915 \times HM - 12,808 \times HR^* + 26,584 \times HL.HM$ $- 70,0 \times HL.HR^{**} - 61,267 \times HM.HR^*$ $- 264,725 \times HL.HM.HR$	0,8269	0,0011
11	$\Delta G_{iwi} = -11,746 \times HL^{**} - 46,631 \times HC^{***} - 15,909 \times HR^{***} + 22,652 \times HL.HC$ $- 67,662 \times HL.HR^{***} + 11,246 \times HC.HR$	0,8624	0,0000
12	$\Delta G_{iwi} = -12,132 \times HL^{**} - 46,707 \times HC^{***} - 1,504 \times HM + 18,1 \times HL.HC$ $+ 33,547 \times HL.HM^* + 25,036 \times HC.HM$ $+ 193,931 \times HL.HC.HM$	0,9530	0,0000

RÉSULTATS ET DISCUSSION

13	$\Delta G_{iwi} = -45,536 \times HT^{***} - 3,267 \times HM - 13,373 \times HR^* + 62,65 \times HT.HM^*$ $- 56,641 \times HT.HR^* - 63,103 \times HM.HR^*$ $+ 248,659 \times HT.HM.HR$	0,8674	0,0003
14	$\Delta G_{iwi} = -44,45 \times HT^{***} - 47,574 \times HC^{***} - 3,331 \times HM + 70,048 \times HT.HC^*$ $+ 68,533 \times HT.HM^* + 23,485 \times HC.HM$	0,8610	0,0000
15	$\Delta G_{iwi} = -46,411 \times HT^{***} - 47,778 \times HC^{***} - 14,745 \times HR^{**}$ $+ 61,879 \times HT.HC^* - 61,135 \times HT.HR^* + 7,651 \times HC.HR$ $+ 328,868 \times HT.HC.HR^*$	0,8129	0,0017

Degré de significativité : * ($P < 0,05$) ; ** ($P < 0,01$) ; *** ($P < 0,001$)

RÉSULTATS ET DISCUSSION

Tableau 28 : Modèles prédictifs du caractère donneur d'électrons pour les mélanges d'huiles étudiés.

Mélange	Modèle	R ²	P-value
1	$\gamma^- = 16,005 \times HO^{***} + 10,15 \times HT^{**} + 32,699 \times HM^{***} + 3,011 \times HO.HT$ $+ 24,629 \times HO.HM^* + 27,239 \times HT.HM^*$	0,8741	0,0000
2	$\gamma^- = 16,277 \times HO^{***} + 10,796 \times HT^{***} + 7,265 \times HC^{**} + 5,808 \times HO.HT$ $+ 39,365 \times HO.HC^{**} + 25,863 \times HT.HC^*$ $+ 100,779 \times HO.HT.HC$	0,8324	0,0010
5	$\gamma^- = 17,62 \times HO^{***} + 25,459 \times HL^{***} + 31,417 \times HM^{***} - 11,8 \times HO.HL$ $+ 26,256 \times HO.HM + 18,735 \times HL.HM$ $- 108,035 \times HO.HL.HM$	0,6985	0,0185
6	$\gamma^- = 16,739 \times HO^{***} + 24,01 \times HL^{***} + 24,653 \times HR^{***} - 16,46 \times HO.HL$ $- 43,133 \times HO.HR^{**} - 38,591 \times HL.HR^{**}$ $- 83,648 \times HO.HL.HR$	0,8520	0,0005
7	$\gamma^- = 16,968 \times HO^{***} + 7,292 \times HC^{**} + 24,221 \times HR^{***} + 40,802 \times HO.HC^{**}$ $- 43,539 \times HO.HR^{**} - 0,291 \times HC.HR$ $- 214,429 \times HO.HC.HR^{**}$	0,8730	0,0002
8	$\gamma^- = 17,026 \times HO^{***} + 8,107 \times HC^{**} + 30,672 \times HM^{***} + 42,547 \times HO.HC^{***}$ $+ 23,476 \times HO.HM^* + 3,54 \times HC.HM$ $- 152,701 \times HO.HC.HM^*$	0,9082	0,0000
9	$\gamma^- = 17,006 \times HO^{***} + 30,632 \times HM^{***} + 24,356 \times HR^{***} + 24,354 \times HO.HM^*$ $- 42,298 \times HO.HR^* - 39,646 \times HM.HR^{***}$	0,8809	0,0000
10	$\gamma^- = 24,158 \times HL^{***} + 30,974 \times HM^{***} + 24,774 \times HR^{***} + 15,245 \times HL.HM$ $- 38,053 \times HL.HR^{**} - 39,022 \times HM.HR^{***}$ $- 142,32 \times HL.HM.HR$	0,8413	0,0007
11	$\gamma^- = 25,412 \times HL^{***} + 8,143 \times HC^{***} + 22,978 \times HR^{***} + 8,596 \times HL.HC$ $- 36,272 \times HL.HR^{***} + 1,788 \times HC.HR$	0,8452	0,0002
12	$\gamma^- = 25,242 \times HL^{***} + 8,083 \times HC^{***} + 31,901 \times HM^{***} + 5,279 \times HL.HC$ $+ 19,267 \times HL.HM^* + 5,95 \times HC.HM$ $+ 115,795 \times HL.HC.HM^*$	0,9440	0,0000
13	$\gamma^- = 10,382 \times HT^{**} + 30,917 \times HM^{***} + 24,508 \times HR^{***} + 25,099 \times HT.HM$ $- 29,538 \times HT.HR^* - 39,669 \times HM.HR^{**}$ $+ 117,467 \times HT.HM.HR$	0,8649	0,0003
14	$\gamma^- = 11,065 \times HT^{**} + 7,609 \times HC^* + 30,864 \times HM^{***} + 30,125 \times HT.HC^*$ $+ 29,396 \times HT.HM^* + 5,963 \times HC.HM$	0,8569	0,0001
15	$\gamma^- = 10,106 \times HT^{**} + 7,684 \times HC^{**} + 23,679 \times HR^{***} + 25,322 \times HT.HC^*$ $- 31,748 \times HT.HR^* - 0,593 \times HC.HR$ $+ 182,711 \times HT.HC.HR^*$	0,8044	0,0022

Degré de significativité : * (P<0,05) ; ** (P<0,01) ; *** (P<0,001)

RÉSULTATS ET DISCUSSION

D'après le Tableau 27, le modèle validé pour l'énergie libre d'interaction représentant le paramètre d'hydrophobicité quantitative est un modèle cubique restreint de troisième degré pour les différents mélanges étudiés à l'exception des mélanges 1, 9, 11 et 14 où le modèle quadratique est le plus adapté. Le coefficient de détermination R^2 varie entre 0,7308 et 0,9530 pour l'ensemble des mélanges. De façon générale, le modèle mathématique nous permet d'expliquer la variabilité de l'énergie libre d'interaction en fonction des proportions de chaque mélange. En effet, une huile diminue l'énergie libre d'interaction si son coefficient porte un signe négatif et l'augmente dans le cas inverse.

L'hydrophobicité du bois de cèdre est influencée autant plus par les interactions ternaires que par celles binaires. L'interaction de deux huiles à la fois a exercé un effet différent sur l'énergie de surface ΔG_{iwi} . Dix parmi les quinze combinaisons ont augmenté l'énergie libre d'interaction alors que les autres combinaisons l'ont fait baisser. Les interactions entre l'huile de romarin et les huiles de tournesol, de lin, d'olive et de menthe (HR.HT/HR.HL/HR.HO et HR.HM) ont diminué significativement l'énergie libre d'interaction en rendant la surface du bois de cèdre hydrophobe.

Parmi les neuf combinaisons ternaires des huiles, les combinaisons des mélanges 2, 12, 13 et 15 ont augmenté l'énergie libre d'interaction alors que celles des mélanges 5, 6, 7, 8 et 10 l'ont fait diminuer. En effet, l'interaction de l'huile de tournesol/cèdre/olive (mélange 2) et de l'huile de tournesol/cèdre/romarin (mélange 15) ont diminué significativement l'hydrophobicité du bois de cèdre ($P < 0,05$). L'interaction de l'huile d'olive/cèdre/romarin (mélange 7) et de l'huile d'olive/cèdre/menthe (mélange 8) ont augmenté significativement le caractère hydrophobe du bois de cèdre ($P < 0,05$).

Concernant le caractère donneur d'électrons (Tableau 28), le modèle validé pour les mélanges 1, 9, 11 et 14 est un modèle quadratique de deuxième degré alors que pour les autres mélanges, le modèle sélectionné est un modèle cubique. Le coefficient de détermination R^2 varie entre 0,6985 et 0,9440 pour l'ensemble des mélanges. Le mélange 12 représente le meilleur coefficient de détermination R^2 . 94,4% de la variation du caractère donneur d'électrons en fonction des proportions des huiles utilisées dans ce mélange est expliquée par le modèle validé.

Certaines interactions entre deux huiles ont abouti à une baisse du caractère donneur du bois de cèdre contre une augmentation pour les autres interactions. En effet, les interactions entre l'huile d'olive/cèdre, l'huile d'olive/menthe, l'huile de tournesol/menthe, l'huile de tournesol/cèdre et l'huile de lin/menthe ont augmenté significativement le caractère donneur

RÉSULTATS ET DISCUSSION

d'électrons du bois de cèdre. L'interaction binaire de certaines huiles n'a pas d'effet significatif sur le caractère donneur d'électrons comme le cas par exemple de l'interaction entre l'huile de cèdre/menthe et l'interaction entre l'huile d'olive/tournesol.

Les combinaisons ternaires des mélanges 2, 12, 13 et 15 ont augmenté le caractère donneur d'électrons du bois de cèdre alors que celles des mélanges 5, 6, 7, 8 et 10 l'ont fait diminuer. En effet, l'interaction de l'huile de lin/cèdre/menthe (mélange 12) et de l'huile de tournesol/cèdre/romarin (mélange 15) ont augmenté significativement le caractère donneur d'électrons ($P < 0,05$).

À la lumière de ces résultats, nous pouvons ainsi dire que les interactions entre les huiles ainsi que leurs proportions dans chaque mélange influencent sur la physicochimie du bois de cèdre notamment son caractère hydrophobe et donneur d'électrons. Certes, les modèles mathématiques décrits nous ont permis de mieux comprendre la relation entre les réponses choisies et la composition de chaque mélange. Cependant, la recherche d'un mélange optimum parmi les quinze mélanges étudiés reste l'objectif principal de ce travail. C'est la désirabilité, un mélange optimum attribuant au bois de cèdre une hydrophobicité maximal avec un caractère donneur d'électrons important.

2. Optimisation des mélanges

Il s'agit de déterminer le point optimum pour chaque mélange. Le point optimum est un point qui se trouve à l'intersection de deux zones représentant chacune une réponse donnée. La Figure 29 représente les régions optimales pour l'énergie libre d'interaction et le caractère donneur d'électrons du mélange 13.

RÉSULTATS ET DISCUSSION

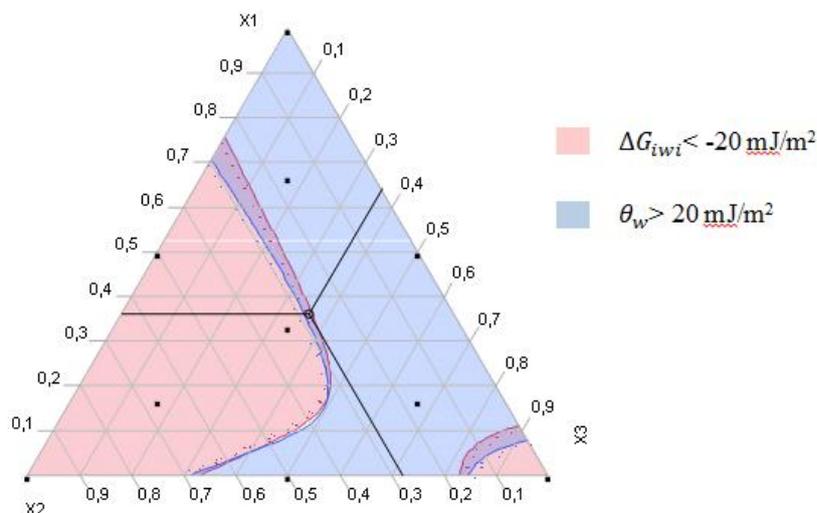


Figure 29 : Les régions optimales de l'énergie libre d'interaction et du caractère donneur d'électrons du mélange 13 ainsi que son point optimum.

Sur la Figure 29, la zone rose représente les points expérimentaux dont leurs valeurs d'énergie libre d'interaction sont inférieures à -20 mJ/m^2 et la zone bleue représente les points expérimentaux dont leurs valeurs de γ^- sont supérieures à 20 mJ/m^2 . La zone violette est la zone qui nous intéresse représentant l'intersection des deux zones là où se trouve le mélange ou le point optimum. En effet, la fonction de désirabilité va nous permettre d'obtenir une composition d'huiles avec des proportions bien déterminées qui répond à nos exigences. Le Tableau 29 regroupe les points optimums des mélanges étudiés et leurs réponses théoriques.

3. Validation expérimentale des points optimums

Après avoir déterminé le point optimum pour chaque mélange, une étape de validation expérimentale des réponses théoriques a été effectuée. Pour cela, nous avons traité la surface du bois de cèdre avec les différents mélanges optimums en respectant les proportions des huiles indiquées dans le Tableau 29. La détermination des propriétés physicochimiques notamment l'énergie libre d'interaction et le caractère donneur d'électrons a été réalisée en mesurant les angles de contact. Les réponses expérimentales obtenues sont présentées dans le Tableau 29.

La validation des mélanges est une étape d'une grande crucialité dont le but est de s'assurer de la qualité de la modélisation faite, permettant ainsi de choisir les mélanges dont le modèle décrit le mieux possible les variables étudiées. Pour ce faire, nous avons comparé les valeurs de l'énergie libre d'interaction et du caractère donneur d'électrons théoriques avec les valeurs

RÉSULTATS ET DISCUSSION

expérimentales obtenues en se basant sur leurs intervalles de confiance. Les résultats montrent que seuls les mélanges 11 et 13 présentent une différence non significative (intervalles de confiance chevauchants) entre les valeurs théoriques et expérimentales de ΔG_{iwi} et γ^- . Il s'agit de la combinaison huile de lin/cèdre/romarin (mélange 11) avec 70% de l'huile végétale et 30% d'huiles essentielles et la combinaison huile de tournesol/menthe/romarin (mélange 13) dont l'huile végétale représente 36% contre 64% pour les huiles essentielles. Ces mélanges ont été retenus pour évaluer expérimentalement leur effet antiadhésif sur l'ensemble des champignons de dégradation du bois de cèdre. Les mélanges 1, 2, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 12, 14 et 15 sont des mélanges qui ont montré un grand écart entre le résultat théorique et expérimentale de l'énergie libre d'interaction et du caractère donneur d'électrons et donc l'évaluation de leur effet antiadhésif n'a pas été nécessaire. Cependant, nous avons jugé intéressant d'évaluer l'effet antiadhésif d'un autre mélange qui a montré des écarts relativement acceptables entre les valeurs expérimentales et théoriques par rapport aux autres mélanges, mais surtout qui contient une proportion des huiles essentielles qui dépasse les 50% avec la présence d'une huile végétale autre que l'huile de lin et de tournesol présentes dans le mélange 11 et 13, respectivement. Il s'agit de la combinaison huile d'olive/menthe/romarin (mélange 9) dont l'huile végétale représente 36% contre 64% pour les huiles essentielles.

RÉSULTATS ET DISCUSSION

Tableau 29 : Optimisation des mélanges et validation expérimentale des points optimums.

Mélange	Point optimum	$\Delta G_{iwi-Thé.}$	$\Delta G_{iwi-Exp.}$	$\gamma_{Thé.}$	$\gamma_{Exp.}$
1	HT(70%)/HM(30%)	-17,70±8,18 ^a	-5,08±0,24 ^a	22,97±4,42 ^a	29,08±0,20 ^a
2	HO(14%)/HT(43%)/HC(43%)	-21,44±6,54 ^a	-35,90±1,06 ^a	20±2,95 ^a	13,96±0,56 ^a
5	HO(54%)/HL(33%)/HM(13%)	-21,58±7,94 ^a	-11,70±1,25 ^a	20,04±4,4 ^a	25,43±0,77 ^a
6	HO(26%)/HL(53%)/HR(21%)	-43,86±7,37 ^a	-30,66±0,89 ^a	10,85±3,0 ^a	15,43±0,49 ^a
7	HO(57%)/HC(40%)/HR(3%)	-20,73±9,01 ^a	-34,60±1,06 ^a	20,16±3,65 ^a	12,96±0,54 ^a
8	HO(36%)/HC(39%)/HM(25%)	-20,22±5,20 ^a	-1,32±0,70 ^a	20,03±2,92 ^a	31,47±0,42 ^a
9	HO(36%)/HM(40%)/ HR(24%)	-20,42±4,67 ^a	-12,36±0,32 ^a	20,43±2,35 ^a	24,90±0,21 ^a
10	HL(61%)/HM(22%)/ HR(17%)	-23,58±5,68 ^a	-7,60±0,54 ^a	19,10±3,11 ^a	27,34±0,23 ^a
11	HL(70%)/HC(20%)/HR(10%)	-20,52±4,04 ^b	-21,68±0,74 ^b	20,39±2,17 ^b	19,81±0,33 ^b
12	HL(20%)/HC(0,6)/HM(0.2)	-20,58±3,71 ^a	-9,13±1,25 ^a	20,64±2,16 ^a	26,87±0,78 ^a
13	HT(36%)/HM(28%)/HR(36%)	-20,54±7,91 ^b	-15,96±0,73 ^b	20,15±3,58 ^b	22,48±0,41 ^b
14	HT(37%)/HC(45%)/HM(18%)	-20,37±6,42 ^a	-3,32±0,07 ^a	20,50±3,20 ^a	30,32±0,07 ^a
15	HT(26%)/HC(36%)/HR(38%)	-22,38±7,58 ^a	-43,99±0,81 ^a	20,04±3,58 ^a	8,49±0,39 ^a

a : écart significatif entre le résultat théorique et expérimentale en comparant les moyennes et leurs intervalles de confiance

b : écart non significatif entre le résultat théorique et expérimentale en comparant les moyennes et leurs intervalles de confiance

4. L'effet antiadhésif des mélanges validés

L'effet de trois mélanges sur le comportement adhésif de cinq souches fongiques a été présenté dans les Figures 30-34. A la lumière des résultats indiqués dans le tableau 30, on remarque que la combinaison huile de lin/cèdre/romarin (mélange 11) a exercé un effet antiadhésif uniquement contre *P. commune* (PDLd^{''}). L'adhésion de *P. commune* (PDLd^{''}) a baissé de 35% après traitement de la surface du bois de cèdre avec le mélange 11. Cependant, cette combinaison d'huiles a favorisé l'adhésion des autres souches fongiques notamment celle de *T. hyalocarpa*.

Par ailleurs, les mélanges 9 et 13 présentent un effet antiadhésif important à l'encontre des cinq souches fongiques. Il s'agit des combinaisons huile d'olive/menthe/romarin (mélange 9)

RÉSULTATS ET DISCUSSION

et huile de tournesol/menthe/romarin (mélange 13). Les mélanges 9 et 13 ont montré pratiquement le même effet antiadhésif contre *T. hyalocarpa* et *A. niger* avec une baisse d'environ 70% de l'adhésion de ces derniers à la surface du bois de cèdre traité avec ces deux mélanges. Toutefois, ces deux mélanges ne présentent pas le même effet antiadhésif sur les souches de *Penicillium*. En effet, le mélange 13 a empêché l'adhésion de 60% des souches de *P. commune* (PDLd10) contre 20% pour le mélange 9. L'adhésion de *P. commune* (PDLd'') a baissé de 90% après traitement du bois avec le mélange 13 et de 40% en utilisant le mélange 9. 70% contre 27% des souches de *P. crustosum* ont été inhibées en utilisant les mélanges 13 et 9, respectivement. D'après ces résultats, on remarque clairement que les mélanges dont les huiles essentielles représentent plus de 50% ont un effet antiadhésif remarquable. La combinaison huile de tournesol/menthe/romarin (mélange 13) a montré un effet répulsif et antiadhésif légèrement plus important que la combinaison huile d'olive/menthe/romarin (mélange 9) et a fait objet d'un brevet (Bennouna et al., 2020).

L'ensemble de ces mélanges ont maintenu le caractère hydrophobe du bois de cèdre tout en augmentant son caractère donneur d'électrons. Ces modifications des propriétés physicochimiques de la surface du bois de cèdre semblent derrière cette baisse d'adhésion des souches fongiques. C'est en fait ce que nous avons pu mettre en évidence dans notre étude par la présence d'une corrélation positive entre l'énergie libre d'interaction calculé par modèle du mélange et expérimentale déterminée par angle de contact et l'adhésion expérimentale des souches fongiques ($p < 0,05$ et $p < 0,01$ respectivement). Des corrélations positives entre le caractère donneur d'électrons calculé par modèle du mélange et celui expérimentalement déterminée par angle de contact et l'adhésion expérimentale des souches fongiques sont révélées ($p < 0,05$ et $p < 0,01$ respectivement). Ces corrélations sont mises en évidence en tenant compte l'ensemble des souches fongiques, confirmant ainsi le fait que le caractère donneur d'électrons et l'hydrophobicité influencent fortement sur le phénomène de l'adhésion (Annexe 3).

En outre, la méthodologie des plans d'expérience que nous avons utilisée dans cette étude s'est avérée un outil très efficace pour (i) la modélisation de l'effet des traitements de la surface du bois sur ses paramètres physicochimiques et pour (ii) la prédiction de l'adhésion fongiques des différents combinaisons possibles aux seins des mélanges validés.

RÉSULTATS ET DISCUSSION

Tableau 30 : Pourcentage de spores adhérees à la surface du bois de cèdre avant et après traitement avec les différents mélanges.

	<i>P. commune</i> (PDLd ⁷)	<i>P. commune</i> (PDLd10)	<i>P. crustosum</i>	<i>T. hyalocarpa</i>	<i>A. niger</i>
Bois non traité	26,78	22,48	22,30	13,95	22,32
Mélange 9	15,57	17,18	16,11	4,18	4,98
Mélange 11	17,19	21,73	21,14	24,54	20,37
Mélange 13	1,93	8,62	5,63	5,21	5,09

RÉSULTATS ET DISCUSSION

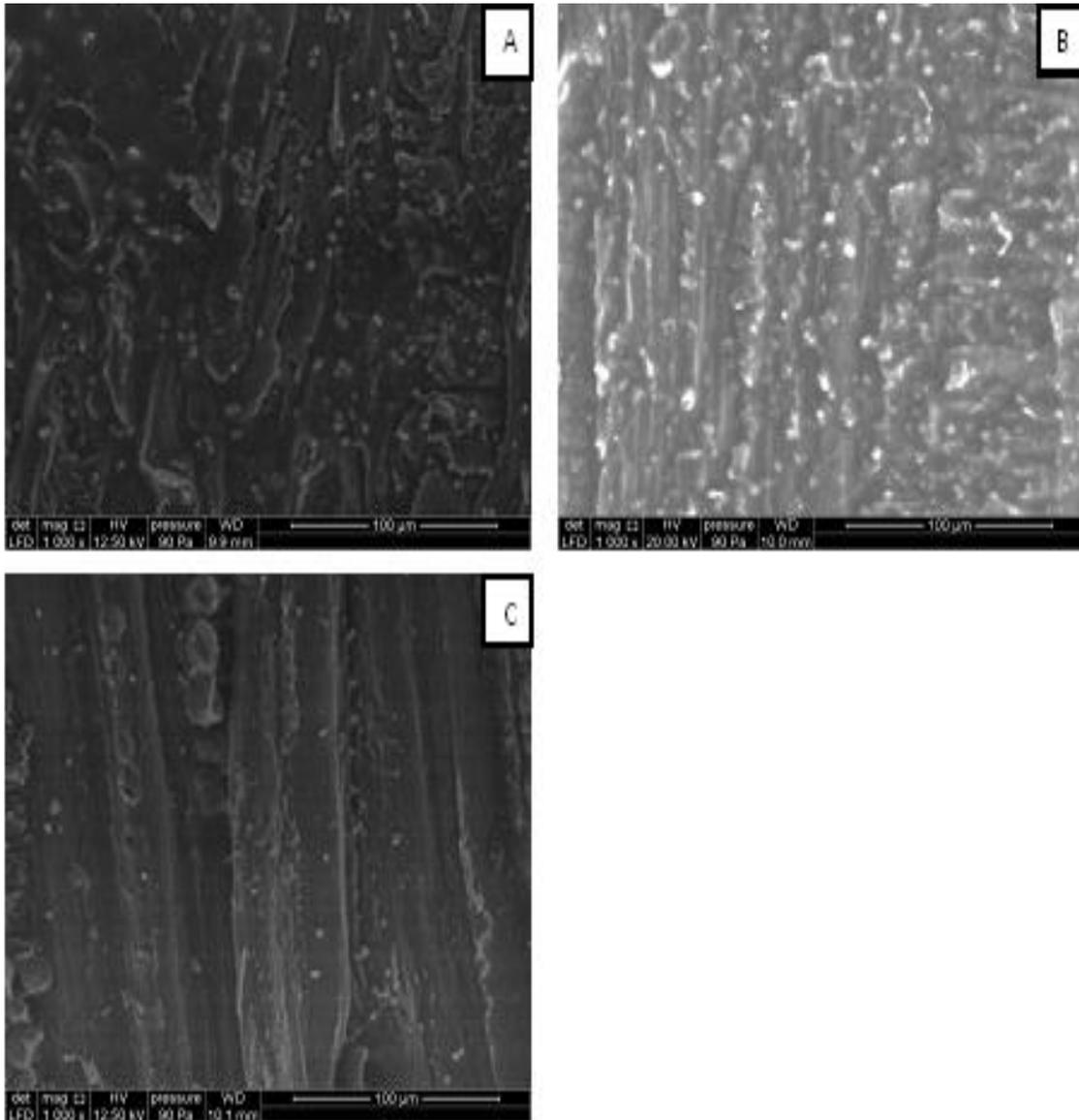


Figure 30 : Clichés microscopiques des spores de *P. commune* (PDLd”) à la surface du bois de cèdre traité avec les différents mélanges (A) bois traité avec le mélange 9, (B) bois traité avec le mélange 11, (C) bois traité avec le mélange 13 ($\times 1000$).

RÉSULTATS ET DISCUSSION

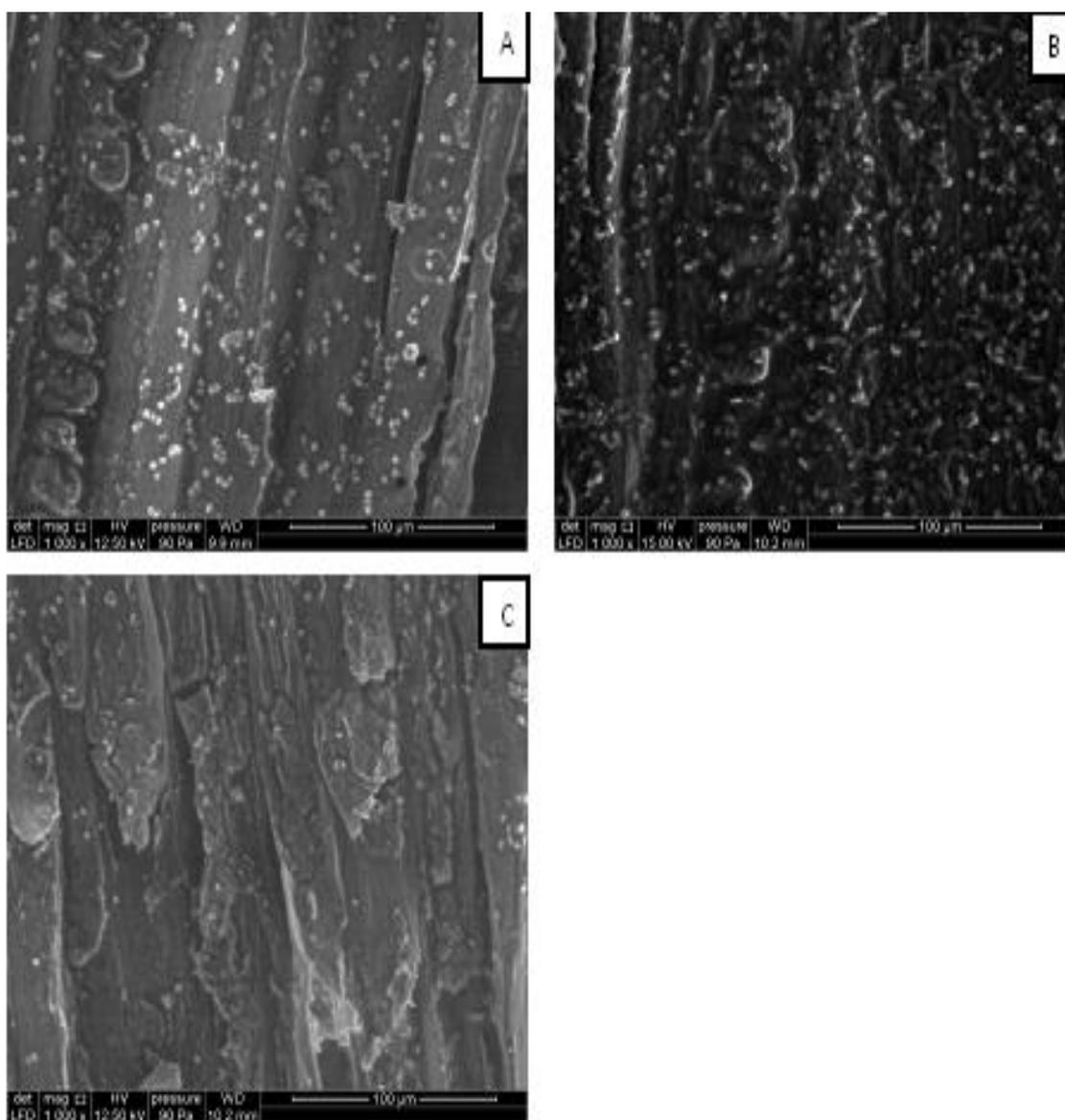


Figure 31 : Clichés microscopiques des spores de *P. commune* (PDLd10) à la surface du bois de cèdre traité avec les différents mélanges (A) bois traité avec le mélange 9, (B) bois traité avec le mélange 11, (C) bois traité avec le mélange 13 ($\times 1000$).

RÉSULTATS ET DISCUSSION

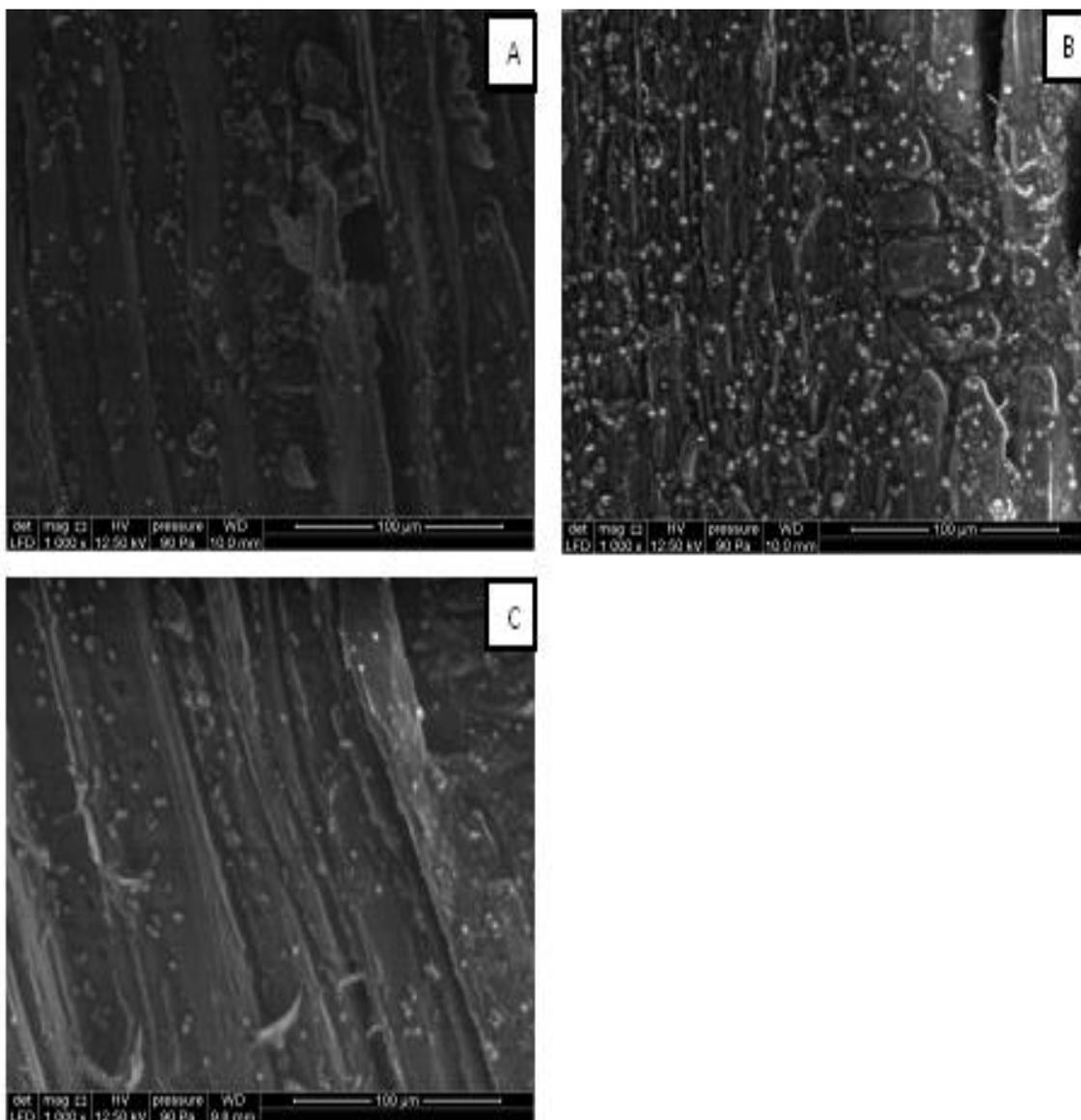


Figure 32 : Clichés microscopiques des spores de *P. crustosum* à la surface du bois de cèdre traité avec les différents mélanges (A) bois traité avec le mélange 9, (B) bois traité avec le mélange 11, (C) bois traité avec le mélange 13 ($\times 1000$).

RÉSULTATS ET DISCUSSION

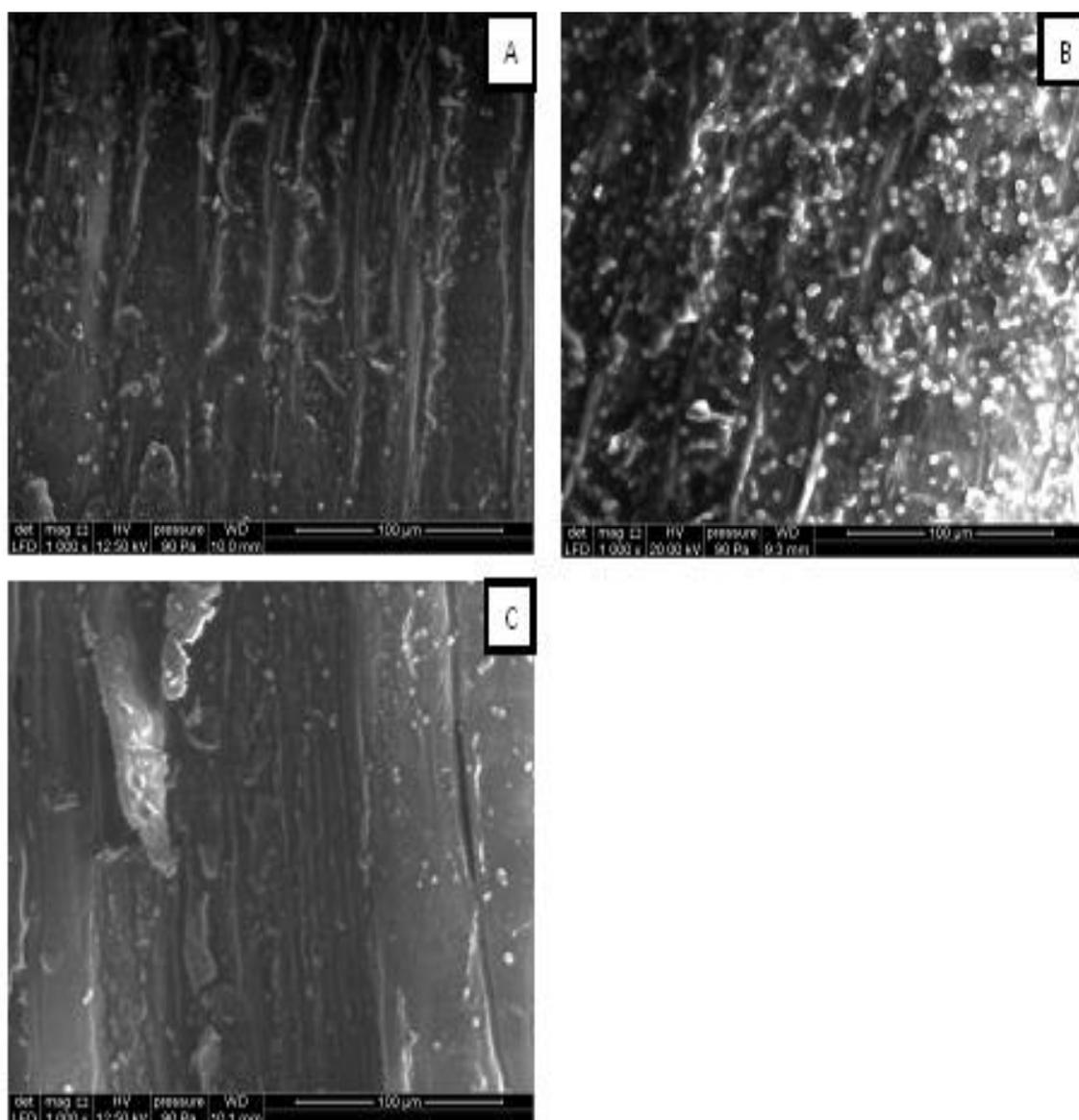


Figure 33 : Clichés microscopiques des spores de *T. hyalocarpa* à la surface du bois de cèdre traité avec les différents mélanges (A) bois traité avec le mélange 9, (B) bois traité avec le mélange 11, (C) bois traité avec le mélange 13 ($\times 1000$).

RÉSULTATS ET DISCUSSION

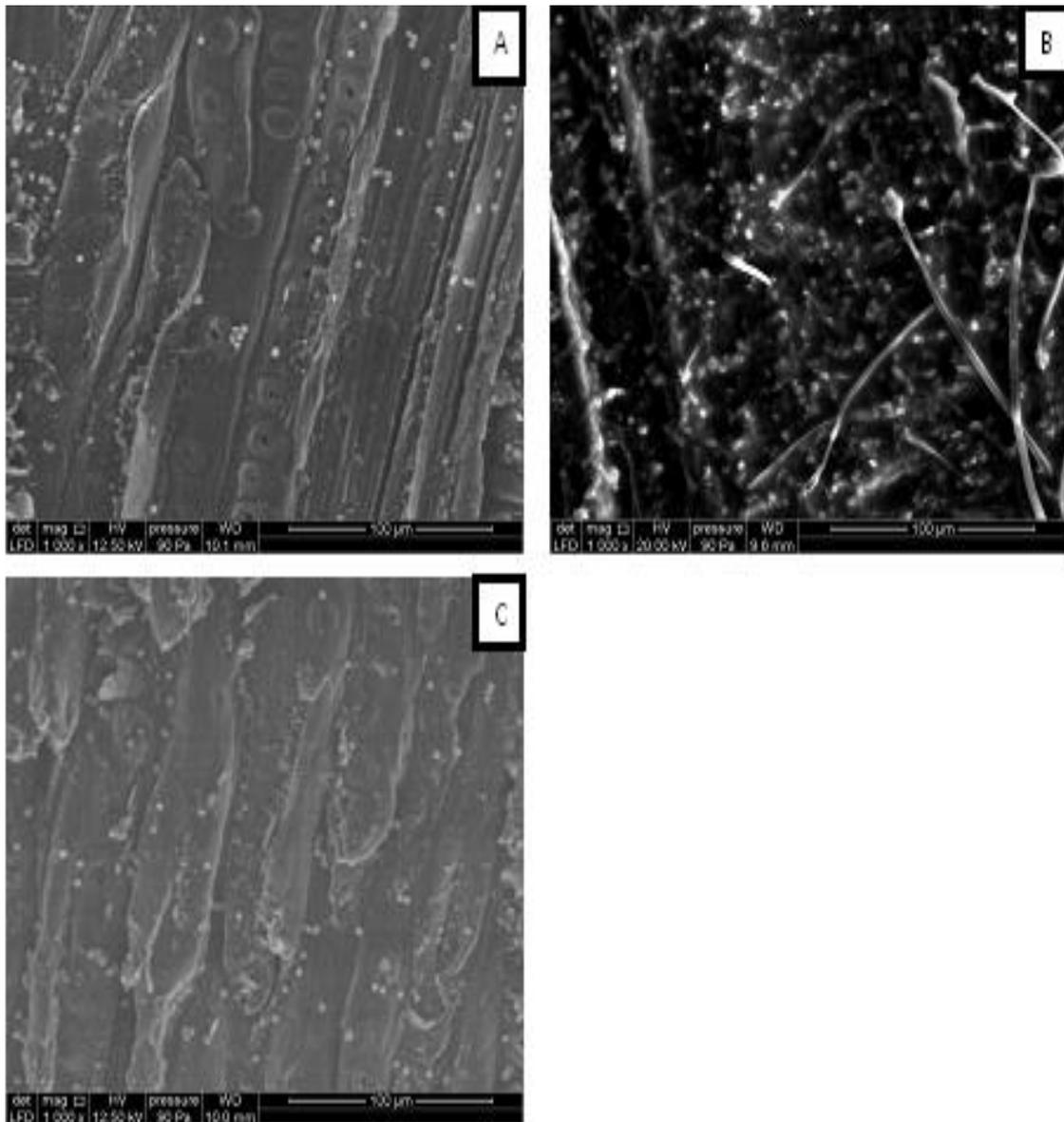


Figure 34 : Clichés microscopiques des spores d'*A. niger* à la surface du bois de cèdre traité avec les différentes mélanges (A) bois traité avec le mélange 9, (B) bois traité avec le mélange 11, (C) bois traité avec le mélange 13 ($\times 1000$).

Conclusion générale

Le bois de cèdre est une variété de bois qui a été utilisé depuis la dynastie Idrisside pour la construction des monuments historiques les plus célèbres du Maroc. Ce bois, noble, est auréolé de microorganismes qui adhèrent à sa surface et forment des biofilms. La formation des biofilms à la surface du bois de cèdre est la cause principale de la dégradation et la biodétérioration des monuments historiques. De ce fait, il a été nécessaire d'exclure les microorganismes de l'environnement du bois de cèdre principalement les champignons. Autrement dit, il a été nécessaire de développer une bio-formulation aux propriétés antiadhésives afin de ralentir la dégradation des monuments historiques et préserver notre patrimoine culturel.

Nous avons choisi, dans ces travaux de thèse, de rechercher de nouvelles voies de lutte contre les biofilms du bois de cèdre. Une voie qui répond aux critères de haute qualité environnementale via l'utilisation de produits naturels comme les huiles végétales et les huiles essentielles. Pour cela, une caractérisation chimique de quatre huiles essentielles (*Mentha pulegium*, *Rosmarinus officinalis*, *Cedrus atlantica* et *Cananga odorata*) et une évaluation de leurs activités antimicrobiennes ont été nécessaires et ont fait objet des deux premières parties de notre recherche. Ainsi, l'analyse chimique a montré que les huiles essentielles sont constituées principalement de composés oxygénés à l'exception de l'huile de *R. officinalis*. Dans l'huile essentielle de *M. pulegium*, on a identifié la présence de 94,43% des monoterpènes oxygénés représentés principalement par la menthone et le pulegone. La fraction oxygénée pour l'huile essentielle de *C. odorata* représente 67,71% dont l'acétate de géranyle et le linalool sont ses principaux composants. L'huile essentielle de *C. atlantica* est constituée de 57,93% de composés oxygénés avec comme principaux composants la cédranone et l'iso-cédranol. La fraction oxygénée pour l'huile de *R. officinalis* ne représente que 28,29%, cette dernière est constituée principalement des hydrocarbures sesquiterpéniques et monoterpéniques (67,17%) dont l' α -humulène et le camphène sont ses constituants majoritaires.

L'évaluation de l'activité antibactérienne et antifongique des quatre huiles essentielles a révélé une activité antimicrobienne variable de ces dernières contre l'ensemble des souches bactériennes et fongiques utilisées avec une activité antimicrobienne remarquable pour l'huile

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

de *M. pulegium*. En effet, l'effet antibactérien des huiles essentielles vis-à-vis des deux bactéries est bactériostatique ($CMB/CMI > 4$) excepté pour l'effet de l'huile essentielle de *C. atlantica* vis-à-vis de *B. safensis* qui est bactéricide ($CMB/CMI = 4$). De même, l'effet antifongique des quatre huiles essentielles vis-à-vis des souches fongiques étudiées est fongistatique dans la plupart des cas ($CMF/CMI > 4$), à l'exception de l'effet de l'huile de *C. odorata*. Cette dernière a montré un effet fongicide contre *P. crustosum* et *T. hyalocarpa* ($CMF/CMI = 4$).

La caractérisation chimique et l'évaluation de l'activité antimicrobienne des huiles essentielles contre des bactéries et des champignons causant la pourriture du bois de cèdre sont d'une grande importance. Cependant, le développement d'une bio-formulation aux propriétés antiadhésives nécessite la détermination des propriétés physicochimiques des surfaces afin de pouvoir expliquer par la suite les mécanismes impliqués dans le phénomène de l'adhésion. De ce fait, la troisième partie a été consacrée à la caractérisation des propriétés physicochimiques du bois de cèdre et d'autres variétés du bois avant et après utilisation des huiles ainsi que celle des souches fongiques.

La caractérisation physicochimique initiale des variétés du bois a montré que le bois de cèdre, l'acajou, le chêne et le pin ont un caractère hydrophobe alors que le hêtre et le débitou présentent un caractère hydrophile. Le bois de cèdre représente l'espèce la plus hydrophobe avec un angle de contact vis-à-vis de l'eau de $81,5 \pm 0,73^\circ$ et une énergie de surface de $-64,38 \text{ mJ/m}^2$. L'ensemble des variétés du bois étudiées présentent un caractère donneur plus qu'accepteur d'électrons.

Après traitement direct du bois de cèdre avec les différentes huiles végétales, ce dernier a maintenu son caractère hydrophobe avec une légère diminution de son degré d'hydrophobie. De plus, le caractère donneur d'électrons a été influencé ; il a augmenté de $3,74 \text{ mJ/m}^2$ à des valeurs comprises entre $10,66$ et $17,66 \text{ mJ/m}^2$. La baisse de la propriété hydrophobe du bois de cèdre peut être due à la présence des composés d'oxydation et/ou des acides gras libres. Ces derniers diminuent la propriété hydrophobe du bois de cèdre comme c'était le cas pour l'acide oléique et l'acide linoléique. Ainsi, l'angle de contact vis-à-vis de l'eau a baissé de $81,5^\circ$ à $34,25^\circ$ après traitement de la surface du bois de cèdre avec l'acide oléique et à $41,45^\circ$ après utilisation de l'acide linoléique.

Après traitement direct du bois de cèdre avec les différentes huiles essentielles, les propriétés de surface de ce dernier ont été modifiées. En effet, le bois de cèdre est devenu hydrophile après traitement avec l'huile essentielle de *M. pulegium* et *C. odorata* et hydrophobe après 15

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

min de traitement avec l'huile essentielle de *R. officinalis* et *C. atlantica*. De plus, le bois de cèdre est devenu plus donneur d'électrons après utilisation des différentes huiles essentielles principalement après utilisation des huiles de *M. pulegium* et *C. odorata*.

Le traitement direct qui assure une meilleure adsorption et pénétration des composés volatils reste le meilleur moyen pour traiter la surface du bois. Par le biais de ces travaux de recherche, nous avons conclu que l'adsorption des composés volatils est moins bien dans le cas du traitement par la vapeur de *M. pulegium* et de *R. officinalis*. Ce mode de traitement n'a pratiquement pas modifié les propriétés physicochimiques du bois de cèdre.

Après traitement direct des autres variétés du bois avec les trois huiles essentielles (*M. pulegium*, *R. officinalis* et *C. odorata*), ces dernières ont montré des modifications variables. En effet, le hêtre et le dibetou ont conservé leur caractère hydrophile du départ après traitement avec les différentes huiles avec une légère augmentation de leur caractère donneur d'électrons. Cependant, l'acajou, le chêne et le pin sont devenus hydrophiles après traitement avec l'huile de *M. pulegium* et hydrophobes quantitativement après traitement avec l'huile essentielle de *R. officinalis* et *C. odorata*. Le caractère donneur d'électrons de ces variétés de bois a connu une augmentation importante après traitement avec les huiles utilisées.

La caractérisation des propriétés de surface des souches fongiques a également été étudiée dans cette partie de thèse. Les résultats ont montré que toutes les souches fongiques possèdent un caractère hydrophile à l'exception d'*A. niger* qui a montré un caractère hydrophile qualitativement et hydrophobe quantitativement.

Après avoir déterminé les propriétés physicochimiques des surfaces des souches fongiques et du bois de cèdre ainsi que d'autres variétés du bois avant et après utilisation des huiles. Nous avons testé l'effet des huiles végétales et essentielles sur l'adhésion théorique et expérimentale des spores fongiques d'où le but du quatrième volet de notre thèse.

Les résultats ont montré que l'adhésion des souches fongiques a moyennement baissé après utilisation des huiles végétales à l'exception de l'huile d'argan. En effet, l'huile de tournesol et de colza ont montré une bonne activité antiadhésive contre les souches de *P. commune* (PDLd10), *P. crustosum* et *A. niger*. L'huile de lin a influencé positivement sur l'adhésion de *P. commune* (PDLd"), *T. hyalocarpa* et *A. niger* alors que l'huile d'olive a exercé un effet antiadhésif contre *P. commune* (PDLd" et PDLd10) et *P. crustosum*.

Les huiles essentielles ont également montré une activité antiadhésive variable vis-à-vis des souches fongiques. Ainsi, l'huile essentielle de *M. pulegium* a montré un effet antiadhésif important contre *P. commune* (PDLd10), *P. crustosum* et *A. niger*. L'huile de *R. officinalis* a

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

dévoilé une bonne activité contre *A. niger*. Un meilleur effet antiadhésif contre *P. commune* (PDLd10) et *A. niger* a été noté pour l'huile de *C. odorata* et contre *P. commune* (PDLd'') et *P. crustosum* pour l'huile de *C. atlantica*.

Les huiles végétales et essentielles ont toutes les deux dévoilé une activité antiadhésive appropriée à une souche donnée. Alors que l'objectif principal de notre recherche était de trouver un produit naturel qui possède un effet antiadhésif contre l'ensemble des souches fongiques. Ceci nous a poussé à mélanger les huiles végétales et essentielles et étudier leur effet aussi bien sur les propriétés de surface du bois de cèdre que sur l'adhésion des souches fongiques.

Parmi les quinze combinaisons d'huiles testées, nous avons réussi à trouver un mélange, qui a fait l'objet d'un brevet, avec 36% de l'huile végétale et 64% de l'huile essentielle. Ce mélange a pu garder la propriété hydrophobe du bois de cèdre tout en augmentant son caractère donneur d'électrons de cinq fois sa valeur initiale. De plus, ce mélange d'huiles a montré un excellent effet antiadhésif contre toutes les souches de *P. commune* (PDLd'' et PDLd10), *P. crustosum*, *T. hyalocarpa* et *A. niger* à la fois.

Références bibliographiques

- Abibois, 2012. Le traitement haute température des bois.
- Agnihotri, V.K., Agarwal, S.G., Dhar, P.L., Thappa, R.K., Baleshwar, Kapahi, B.K., Saxena, R.K., Qazi, G.N., 2005. Essential oil composition of *Mentha pulegium* L. growing wild in the north-western Himalayas India. *Flavour Fragr. J.* 20, 607–610.
- Ait-Ouazzou, A., Lorán, S., Arakrak, A., Laglaoui, A., Rota, C., Herrera, A., Pagán, R., Conchello, P., 2012. Evaluation of the chemical composition and antimicrobial activity of *Mentha pulegium*, *Juniperus phoenicea*, and *Cyperus longus* essential oils from Morocco. *Food Res. Int.* 45, 313–319.
- Akitsu, H., Norimoto, M., Morooka, T., 1991. Vibrational properties of chemically modified wood. *J. Japan Wood Res. Soc.* 37, 590–597.
- Alam, M., Akram, D., Sharmin, E., Zafar, F., Ahmad, S., 2014. Vegetable oil based eco-friendly coating materials: A review article. *Arab. J. Chem.* 7, 469–479.
- Alma, M.H., Hafizo[gtilde]lu, H., Maldas, D., 1996. Dimensional Stability of Several Wood Species Treated with Vinyl Monomers and Polyethylene Glycol-1000. *Int. J. Polym. Mater.* 32, 93–99.
- Araújo, S. de O., Rocha Vital, B., Oliveira, B., Oliveira Carneiro, A. de C., Lourenço, A., Pereira, H., 2016. Physical and mechanical properties of heat treated wood from *Aspidosperma populifolium*, *dipteryx odorata* and *mimosa scabrella*. *Maderas. Cienc. y Tecnol.* 18, 143–156.
- Bailey, I.W., Vestal, M.R., 1937. The significance of certain wood-destroying fungi in the study of the enzymatic hydrolysis of cellulose. *J. Arnold Arbor.* 18, 196–205.
- Baillif, S., Hartmann, D., Freney, J., Kodjikian, L., 2010. Implant intraoculaire et adhésion bactérienne : influence des conditions environnementales, des propriétés bactériennes et des caractéristiques du biomatériau. *J. Fr. Ophtalmol.* 33, 210–221.
- Bakar, B.F.A., Hiziroglu, S., Tahir, P.M., 2013. Properties of some thermally modified wood species. *Mater. Des.* 43, 348–355.
- Baker, A.S., Greenham, L.W., 1988. Release of gentamicin from acrylic bone cement. Elution and diffusion studies. *J. Bone Joint Surg. Am.* 70, 1551–1557.
- Bakkali, F., Averbeck, S., Averbeck, D., Idaomar, M., 2008. Biological effects of essential oils - A review. *Food Chem. Toxicol.* 46, 446–475.
- Banerjee, I., Pangule, R.C., Kane, R.S., 2011. Antifouling coatings: Recent developments in the design of surfaces that prevent fouling by proteins, bacteria, and marine organisms. *Adv. Mater.* 23, 690–718.
- Barghoorn, E.S., Linder, D.H., 1944. Marine fungi: their taxonomy and biology. *Farlowia* 1, 395–467.
- Barkai, H., 2017. Etude microbiologique et approche physico-chimique de la bio-adhésion des spores fongiques sur le bois de cèdre : élaboration de produits de préservation à base de principes actifs d'huiles essentielles. [Thèse Dr. - Biotechnol. Microb. Univ. Sidi Mohamed Ben Abdellah, Fès.
- Barkai, H., El Abed, S., El Aabedy, A., Guissi, S., Ibensouda Koraichi, S., 2017. Antifungal

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- Activities of B-Ionone, Carvone and 1,8-Cineole Essential Oil Components Against *Aspergillus niger* Spores. *J. Chem. Pharm. Res.* 9, 52–56.
- Barkai, H., El Abed, S., Moulay, S., Iraqui Houssaini, M., Ibsouda Koraichi, S., 2014. A Study on the Impact of the Adhesion of *Penicillium expansum* on the Physicochemical Surface Properties of Cedar Wood. *J. Adhes.* 92, 1–15.
- Barkai, H., El abed, S., Sadiki, M., Balouiri, M., Ibsouda Koraichi, S., 2016a. Antifungal Activity and Physico-chemical Surface Properties of the Momentaneously Exposed *Penicillium expansum* Spores to Carvacrol. *Res. J. Microbiol.* 11, 178–185.
- Barkai, H., El Abed, S., Sadiki, M., Balouiri, M., Ibsouda Koraichi, S., 2016b. Impact of Enzymatic Treatment on Wood Surface Free Energy: Contact Angle. *J. Adhes. Sci. Technol.* 31, 1–9.
- Barkai, H., El abed, S., Sadiki, M., Balouiri, M., Maataoui, H., Ibsouda Koraichi, S., 2016c. Evaluation of hydrophobic-hydrophilic properties and anti-adhesive potential of the treated cedar wood by two essential oil components against bioadhesion of *Penicillium expansum* spores. *J. Appl. Sci.* 16, 372–379.
- Barkai, H., El Abed, S., Sadiki, M., Boutahari, S., Balouiri, M., El Farricha, O., Ibsouda Koraichi, S., 2016d. The Effect of Cellulase Treatment Time on the Cedar Wood Surface Physicochemical Properties. *Am. J. Adv. Sci. Res.* 3, 296–304.
- Barkai, H., Sadiki, M., El abed, S., El harchli, H., Boutahari, S., Ibsouda Koraichi, S., 2015a. The effect of carvacrol and carvone treatments on the cedar wood surface physico-chemical properties. *Int. J. Sci. Eng. Res.* 6, 767–771.
- Barkai, H., Sadiki, M., El Abed, S., Moustakhim, M., Iraqui Houssaini, M., Ibsouda Koraichi, S., 2015b. Comparison of the evolution of physico-chemical properties due to the single and combined adhesion of two species of the *Penicillium* genus on cedar wood. *J. Mater. Environ. Sci.* 6, 749–755.
- Baydar, H., Sağdıç, O., Özkan, G., In, 2004. Antibacterial activity and composition of essential oils from *Origanum*, *Thymbra* and *Satureja* species with commercial importance in Turkey. *Food Control* 15, 169–172.
- Bayoudh, S., Othmane, A., Bettaieb, F., Bakhrouf, A., Ben Ouada, H., Ponsonnet, L., 2006. Quantification of the adhesion free energy between bacteria and hydrophobic and hydrophilic substrata. *Mater. Sci. Eng. C* 26, 300–305.
- Beech, I.B., Sunner, J.A., Hiraoka, K., 2005. Microbe – surface interactions in biofouling and biocorrosion processes. *Int. Microbiol.* 8, 157–168.
- Bellon-Fontaine, M.-N., Fourniat, J., 1994. Adhésion des microorganismes aux surfaces: Biofilms-Nettoyage-Désinfection. Chatenay-Malabry Commun. présentées à la troisième réunion Eur. Adhésion des micro-organismes aux surfaces 3–305.
- Bengourram, J., Hamadi, F., Mabrouki, M., Kouider, N., Zekraoui, M., Ellouali, M., Latrache, H., 2009. Relationship between roughness and physicochemical properties of glass surface and theoretical adhesion of bacterial cells. *Phys. Chem. News* 47, 138–144.
- Benini, C., Danflous, J.-P., Wathelet, J.-P., Jardin, P., Fauconnier, M.-L., 2010. L'ylang-ylang [*Cananga odorata* (Lam .) Hook . f. & Thomson] : une plante à huile essentielle méconnue dans une filière en danger. *Biotechnol. Agron. Soc. Environ.* 14, 693–705.
- Bennouna, F., Lachkar, M., Balouiri, M., Sadiki, M., El Abed, S., Ibsouda Koraichi, S., 2020. Formulation écologique de préservation du bois de cèdre. Brevet N°43444B1. Off.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- Maroc. la Propriété Ind. Commer.
- Binet, P., Brunel, J.-P., 1968. *Physiologie Végétale*. Tome II., Edit. Doin. Paris. 793 p.
- Björdal, C.G., Nilsson, T., Daniel, G., 1999. Microbial decay of waterlogged archaeological wood found in Sweden. Applicable to archaeology and conservation. *Int. Biodeterior. Biodegrad.* 43, 63–73.
- Blanchette, R.A., 2000. A review of microbial deterioration found in archaeological wood from different environments. *Int. Biodeterior. Biodegrad.* 46, 189–204.
- Blanchette, R.A., 1995. Biodeterioration of archaeological wood. *CAB Biodeterioration Abstracts* 9, 113–127.
- Blanchette, R.A., 1984. Screening Wood Decayed by White Rot Fungi for Preferential Lignin Degradation. *Appl. Environ. Microbiol.* 48, 647–653.
- Bottomley, L.A., 1998. Scanning Probe Microscopy. *Anal. Chem.* 70, 425R–475R.
- Bouhdid, S., Abrini, J., Zhiri, A., Espuny, M.J., Manresa, A., 2009. Investigation of functional and morphological changes in *Pseudomonas aeruginosa* and *Staphylococcus aureus* cells induced by *Origanum compactum* essential oil. *J. Appl. Microbiol.* 106, 1558–1568.
- Boukhebt, H., Chaker, A.N., Belhadj, H., Sahli, F., Ramdhani, M., Laouer, H., Harzallah, D., 2011. Chemical composition and antibacterial activity of *Mentha pulegium* L. and *Mentha spicata* L. essential oils. *Der Pharm. Lett.* 3, 267–275.
- Boulangé-Petermann, L., Rault, J., Bellon-Fontaine, M.N., 1997. Adhesion of *Streptococcus thermophilus* to stainless steel with different surface topography and roughness. *Biofouling* 11, 201–216.
- Bousmina, M., Ait-Kadi, A., Faisant, J.B., 1999. Determination of shear rate and viscosity from batch mixer data. *J. Rheol. (N. Y. N. Y.)* 43, 415–433.
- Brahmi, F., Abdenour, A., Bruno, M., Silvia, P., Alessandra, P., Danilo, F., Drifa, Y.-G., Fahmi, E.M., Khodir, M., Chibane, M., 2016. Chemical composition and in vitro antimicrobial, insecticidal and antioxidant activities of the essential oils of *Mentha pulegium* L. and *Mentha rotundifolia* (L.) Huds growing in Algeria. *Ind. Crop. Prod. J.* 88, 96–105.
- Brecker, L., Ribbons, D.W., 2000. Biotransformations monitored in situ by proton nuclear magnetic resonance spectroscopy. *Trends Biotechnol.* 18, 197–202.
- Briandet, R., Leriche, V., Carpentier, B., Bellon-Fontaine, M.-N., 1999. Effects of the Growth Procedure on the Surface Hydrophobicity of *Listeria monocytogenes* Cells and Their Adhesion to Stainless Steel. *J. Food Prot.* 62, 994–998.
- Briandet, R., Meylheuc, T., Maher, C., Bellon-Fontaine, M.N., 1999. *Listeria monocytogenes* Scott A: cell surface charge, hydrophobicity, and electron donor and acceptor characteristics under different environmental growth conditions. *Appl. Environ. Microbiol.* 65, 5328–33.
- Brodeur, G., Yau, E., Badal, K., Collier, J., Ramachandran, K.B., Ramakrishnan, S., 2011. Chemical and physicochemical pretreatment of lignocellulosic biomass: A review. *Enzyme Res.* 1–17.
- Brophy, J., Goldsack, R., Forster, P., 2004. Essential oils from the leaves of some Queensland Annonaceae. *J. Essent. Oil Res.* 16, 95–100.
- Broschat, S.L., Loge, F.J., Peppin, J.D., White, D., Call, D.R., Kuhn, E., 2005. Optical

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- reflectance assay for the detection of biofilm formation. *J. Biomed. Opt.* 10, 44027.
- Bruinsma, G.M., Rustema-abbing, M., Van Der Mei, H.C., Busscher, H.J., 2001. Effects of cell surface damage on surface properties and adhesion of *Pseudomonas aeruginosa*. *J. Microbiol. Methods* 45, 95–101.
- Bunt, C.R., Jones, D.S., Tucker, I.G., 1995. The effects of pH, ionic strength and polyvalent ions on the cell surface hydrophobicity of *Escherichia coli* evaluated by the BATH and HIC methods. *Int. J. Pharm.* 113, 257–261.
- Burt, S., 2004. Essential oils: their antibacterial properties and potential applications in foods—a review. *Int. J. Food Microbiol.* 94, 223–253.
- Busscher, H.J., Van Der Mei, H.C., 2006. Microbial adhesion in flow displacement systems. *Clin. Microbiol. Rev.* 19, 127–141.
- Celmer, D., Oleszkiewicz, J.A., Cicek, N., 2008. Impact of shear force on the biofilm structure and performance of a membrane biofilm reactor for tertiary hydrogen-driven denitrification of municipal wastewater. *Water Res.* 42, 3057–3065.
- Chalchat, J.-C., Garry, R.-P., Menut, C., Lamaty, G., Malhuret, R., Chopineau, J., 1997. Correlation between Chemical Composition and Antimicrobial Activity. VI. Activity of Some African Essential Oils. *J. Essent. Oil Res.* 9, 67–75.
- Chaouch, M., 2011. Effet de l'intensité du traitement sur la composition élémentaire et la durabilité du bois traité thermiquement : développement d'un marqueur de prédiction de la résistance aux champignons basidiomycètes. [Thèse Dr. - Sci. du Bois des Fibres]. Nancy UHP - Univ. Henri Poincaré 1–218.
- Chedgy, R.J., Morris, P.I., Lim, Y.W., Breuil, C., 2007. Black stain of western red cedar (*Thuja plicata* Donn) by *Aureobasidium pullulans*: The role of weathering. *Wood Fiber Sci.* 39, 472–481.
- Chen, J.Y., Ko, C.H., Bhattacharjee, S., Elimelech, M., 2001. Role of spatial distribution of porous medium surface charge heterogeneity in colloid transport. *Colloids Surfaces A Physicochem. Eng. Asp.* 191, 3–15.
- Cherrat, L., Espina, L., Bakkali, M., Pagán, R., Laglaoui, A., 2014. Chemical composition, antioxidant and antimicrobial properties of *Mentha pulegium*, *Lavandula stoechas* and *Satureja calamintha* Scheele essential oils and an evaluation of their bactericidal effect in combined processes. *Innov. Food Sci. Emerg. Technol.* 22, 221–229.
- Chevallier, A., 2001. *Encyclopédie des plantes médicinales*. Larousse, Paris.
- Chraïbi, M., Farah, A., Elamin, O., Iraqui Houssaini, M., Fikri-Benbrahim, K., 2020. Characterization, antioxidant, antimycobacterial, antimicrobial effects of Moroccan rosemary essential oil, and its synergistic antimicrobial potential with carvacrol. *J. Advanced Pharm. Technol. Res.* 11, 25–29.
- Clausen, C.A., Kartal, S.N., 2003. Accelerated detection of brown-rot decay: Comparison of soil block test, chemical analysis, mechanical properties, and immunodetection. *For. Prod. J.* 53, 90–94.
- Clevenger, J.F., 1928. Apparatus for the Determination of Volatile Oil. *Am. Pharm. Assoc.* 17, 345–349.
- CLSI, 2012a. Performance Standards for Antimicrobial Disk Susceptibility Tests; Approved Standard - Eleventh Edition. CLSI document M02-A11. Clinical and Laboratory Standards Institute 950 West Valley Road, Suite 2500 Wayne, PA 19087 USA.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- CLSI, 2012b. Methods for Dilution Antimicrobial Susceptibility Tests for Bacteria That Grow Aerobically ; Approved Standard — Ninth Edition, CLSI document M07-A9.
- CLSI, 2008. Reference Method for Broth Dilution Antifungal Susceptibility Testing of Filamentous Fungi; Approved Standard—Second Edition, CLSI document M38-A2.
- CLSI, 2004. CLSI, Method for Antifungal Disk Diffusion Susceptibility Testing of Yeasts ; Approved Guideline. CLSI document M44-A. NCCLS, 940 West Valley Road, Suite 1400, Wayne, Pennsylvania 19087-1898, USA.
- Commission des Communautés Européennes. Directive 2003/2/CE, 2003. . J. Off. des Communautés Eur. du 9 janvier 2003. n° L 4. 3 p.
- Corbett, N.H., 1965. Micro-morphological studies on the degradation of lignified cell walls by ascomycetes and fungi imperfecti. *J. Inst. Wood Sci.* 14, 18–29.
- Cortizo, M.C., Fernández Lorenzo De Mele, M., 2003. Microstructural characteristics of thin biofilms through optical and scanning electron microscopy. *World J. Microbiol. Biotechnol.* 19, 805–810.
- Costerton, J.W., Stewart, P.S., Greenberg, E.P., 1999. Bacterial biofilms: A common cause of persistent infections. *Science* (80-). 284, 1318–1322.
- Courtois, B., Sageot, H., Heisel, E., 2006. Produits de traitement du bois: Composition , dangers , mesures de prévention. INRS (Institut Natl. Rech. Sécurité) ED 981, 7.
- Craven, J.M., Swithenbank, J., Sharifi, V.N., Peralta-Solorio, D., Kelsall, G., Sage, P., 2015. Hydrophobic coatings for moisture stable wood pellets. *Biomass and Bioenergy* 80, 278–285. doi:10.1016/j.biombioe.2015.06.004
- Croitoru, C., Patachia, S., Cretu, N., Boer, A., Friedrich, C., 2011. Influence of ionic liquids on the surface properties of poplar veneers. *Appl. Surf. Sci.* 257, 6220–6225.
- Daferera, D.J., Ziogas, B.N., Polissiou, M.G., 2000. GC-MS analysis of essential oils from some Greek aromatic plants and their fungitoxicity on *Penicillium digitatum*. *J. Agric. Food Chem.* 48, 2576–2581.
- De Meijer, M., Haemers, S., Cobben, W., Militz, H., 2000. Surface energy determinations of wood: Comparison of methods and wood species. *Langmuir* 16, 9352–9359.
- Deka, M., Saikia, C.N., 2000. Chemical modification of wood with thermosetting resin : effect on dimensional stability and strength property. *Bioresour* 73, 179–181.
- Denkhaus, E., Meisen, S., Telgheder, U., Wingender, J., 2007. Chemical and physical methods for characterisation of biofilms. *Microchim. Acta* 158, 1–27.
- Derjaguin, B., Landau, L.D., 1941. Theory of the Stability of Strongly Charged Lyophobic Sols and of the Adhesion of Strongly Charged Particles in Solutions of Electrolytes. U.R.S.S. *Acta Physicochim.* 14, 633–662.
- Derwich, E., Benziane, Z., Boukir, A., 2010. Chemical Composition and In Vitro Antibacterial Activity of the Essential Oil of *Cedrus atlantica*. *Int. J. Agric. Biol.* 12, 381–385.
- Derwich, E., Benziane, Z., Chabir, R., 2011. Aromatic and medicinal plants of Morocco: Chemical composition of essential oils of *Rosmarinus officinalis* and *Juniperus Phoenicea*. *International J. Appl. Biol. Pharm. Technol.* 2, 145–153.
- Desch, H.E., Dinwoodie, J.M., 1996. Timber: Structure , Properties , Conversion and Use. Seventh Edition. Macmillan Press Ltd. 15-36-282.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- Díaz-Maroto, M.C., Castillo, N., Castro-Vázquez, L., González-Viñas, M.Á., Pérez-Coello, M.S., 2007. Volatile composition and olfactory profile of pennyroyal (*Mentha pulegium* L.) plants. *Flavour Fragr. J.* 22, 114–118.
- Dirol, D., Deglise, X., 2001. Durabilité des bois et problèmes associés. Hermès Science, Paris. 416 p.
- Djeribi, R., Boucherit, Z., Bouchloukh, W., Zouaoui, W., Latrache, H., Hamadi, F., Mena, B., 2013. A study of pH effects on the bacterial surface physicochemical properties of *Acinetobacter baumannii*. *Colloids Surfaces B Biointerfaces* 102, 540–545.
- Donlan, R.M., 2002. Biofilms: microbial life on surfaces. *Emerg. Infect. Dis.* 8, 881–890.
- Donlan, R.M., Costerton, J.W., 2002. Biofilms: Survival Mechanisms of Clinically Relevant Microorganisms. *Clin. Microbiol. Rev.* 15, 167–193.
- Dupré, A., Dupré, P., 1869. *Theorie mécanique de la chaleur*. Gauthier-Villars, Paris. 367–370.
- Duret, X., 2013. Liquéfaction d'écorces en vue de leur valorisation pour le développement de nouveaux produits de traitement du bois. [Thèse de doctorat - Sciences du Bois et des Fibres]. Nancy : UL-Université de Lorraine.
- Dynes, J.J., Tyliczszak, T., Araki, T., Lawrence, J.R., Swerhone, G.D.W., Leppard, G.G., Hitchcock, A.P., 2006. Speciation and quantitative mapping of metal species in microbial biofilms using scanning transmission X-ray microscopy. *Environ. Sci. Technol.* 40, 1556–1565.
- Eaton, R.A., Hale, M.D.C., 1993. *Wood : decay, pests, and protection*. 1ère édition. London ; New York : Chapman & Hall 546 p.
- Ebada, S.S., Lin, W.H., Proksch, P., 2010. Bioactive sesterterpenes and triterpenes from marine sponges: Occurrence and pharmacological significance. *Mar. Drugs* 8, 313–346. doi:10.3390/md8020313
- Einaga, H., Harada, M., 2005. Photochemical preparation of poly(N-vinyl-2-pyrrolidone)-stabilized platinum colloids and their deposition on titanium dioxide. *Langmuir* 21, 2578–2584.
- El Abed, S., 2012. Approche Microbiologique et Physico-Chimique de la Biocontamination du Bois de Cèdre. Développement de Stratégies de Prévention par les Huiles Essentielles. [Thèse Dr. - Biotechnol. Microb. Univ. Sidi Mohamed Ben Abdellah, Fès. 1–145.
- El Abed, S., Hamadi, F., Latrache, H., Iraqui Houssaini, M., Ibsouda Koraichi, S., 2010. Adhesion of *Aspergillus niger* and *Penicillium expansum* spores on Fez cedar wood substrata. *Ann. Microbiol.* 60, 377–382.
- El Abed, S., Houari, A., Latrache, H., Remmal, A., Ibsouda Koraichi, S., 2011a. In vitro Activity of Four Common Essential Oil Components against Biofilm-producing *Pseudomonas aeruginosa*. *Res. J. Microbiol.* 6, 394–401.
- El Abed, S., Ibsouda Koraichi, S., Houari, A., Latrache, H., 2013. Experimental and theoretical investigations of the adhesion time of *Penicillium* spores to cedar wood surface. *Mater. Sci. Eng. C* 33, 1276–1281.
- El Abed, S., Ibsouda Koraichi, S., Latrache, H., Boutahari, S., 2012a. Theoretical effect of cedar wood surface roughness on the adhesion of conidia from *Penicillium expansum*. *Ann. Microbiol.* 62, 1361–1366.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- El Abed, S., Ibsouda Koraichi, S., Latrache, H., Hamadi, F., 2012b. Scanning Electron microscopy (SEM) and Environmental SEM: suitable tools for study of adhesion stage and biofilm formation. In “Scanning Electron Microscope”, INTECH ISBN 979-953-307-309-4. 717–730.
- El Abed, S., Ibsouda Koraichi, S., Latrache, H., Meftah, H., Joutey Tahri, N., Hamadi, F., 2012c. Environmental Scanning Electron Microscopy characterization of the adhesion of conidia from *Penicillium expansum* to cedar wood substrata at different pH values. *World J. Microbiol. Biotechnol.* 28, 1707–1713.
- El Abed, S., Ibsouda koraichi, S., Latrache, H., Zineb, G., Mouradi, H., Remmal, A., 2011b. Carvacrol and thymol components inhibiting *Pseudomonas aeruginosa* adherence and biofilm formation. *African J. Microbiol. Res.* 5, 3229–3232.
- El Abed, S., Mostakim, M., Berguadi, F., Latrache, H., Houari, A., Hamadi, F., Ibsouda Koraichi, S., 2011c. Study of microbial adhesion on some wood species: theoretical prediction. *Mikrobiologija* 80, 43–49.
- El Asbahani, A., Miladi, K., Badri, W., Sala, M., Aït Addi, E.H., Casabianca, H., El Mousadik, A., Hartmann, D., Jilale, A., Renaud, F.N.R., Elaissari, A., 2015. Essential oils: From extraction to encapsulation. *Int. J. Pharm.* 483, 220–243.
- El Bergadi, F., El abed, S., Laachari, F., Ibsouda Koraichi, S., 2011. *Penicillium italicum*, *Penicillium griseoroseum* and *Pseudomonas trivialis* are the Novel Species that Degrade Cedar Wood in Historical Moroccan Sites. *J. Pure Appl. Microbiol.* 5, 501–509.
- El Bergadi, F., Laachari, F., Elabed, S., Iraqui Houssaini, M., Ibsouda Koraichi, S., 2014. Cellulolytic potential and filter paper activity of fungi isolated from ancient manuscripts from the Medina of Fez. *Ann. Microbiol.* 64, 815–822.
- El Bergadi, F., Laachari, F., Sadiki, M., El abed, S., Iraqui H., M., Ibsouda K., S., 2015. Antifungal effect of Moroccan *Lasonia Inermis* Leaf extracts on the growth of filamentous fungi isolated from historical wood. *Int. J. Curr. Res.* 7, 14237–14240.
- El Bergadi, F., Laachari, F., Sadiki, M., Elabed, S., Iraqui H., M., Ibsouda K., S., 2016. Determination of endoglucanase activity of paper decaying fungi from an old library at the ancient Medina of Fez. *Microbiology* 85, 47–55.
- Elhoussine, D., Zineb, B., Abdellatif, B., 2010. GC/MS analysis and antibacterial activity of the essential oil of *Mentha pulegium* grown in Morocco. *Res. J. Agric. Biol. Sci.* 191–198.
- Eymard, S., 2003. Mise en évidence et suivi de l’oxydation des lipides au cours de la conservation et de la transformation du chinchard (*Trachurus trachurus*) : choix des procédés. [Thèse Dr. - Mécanique, Therm. Génie civil]. Ec. Polytech. l’Université Nantes. 1–143.
- Ez Zoubi, Y., El-akhal, F., Farah, A., Taghzouti, K., El Ouali Lalami, A., 2017. Chemical composition and larvicidal activity of Moroccan Atlas Cedar (*Cedrus atlantica* Manetti) against *Culex pipiens* (Diptera : Culicidae). *J. Appl. Pharm. Sci.* 7, 030–034.
- Fadli, M., Saad, A., Sayadi, S., Chevalier, J., Mezrioui, N.E., Pags, J.M., Hassani, L., 2012. Antibacterial activity of *Thymus maroccanus* and *Thymus broussonetii* essential oils against nosocomial infection - Bacteria and their synergistic potential with antibiotics. *Phytomedicine* 19, 464–471.
- Fengel, D., Wegener, G., 1989. *Wood-Chemistry, Ultrastructure, Reactions*. Berlin, Germany, Walter de Gruyter.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- Ferhat, M.A., Meklati, B.Y., Chemat, F., 2007. Comparison of different isolation methods of essential oil from Citrus fruits: cold pressing, hydrodistillation and microwave “dry” distillation. *Flavour Fragr. J.* 22, 494–504.
- Flemming, H.C., Wingender, J., 2010. The biofilm matrix. *Nat. Rev. Microbiol.* 8, 623–633.
- Flemming, H.-C., Wingender, J., Szewzyk, U., Steinberg, P., Rice, S.A., Kjelleberg, S., 2016. Biofilms: an emergent form of bacterial life. *Nat. Rev. Microbiol.* 14, 563–575.
- Florence, J., 2004. Flore de Polynésie française. Vol. 2. Paris : IRD éditions.
- Furuno, T., Imamura, Y., 1998. Combinations of wood and silicate Part 6. Biological resistances of wood-mineral composites using water glass-boron compound system. *Wood Sci. Technol.* 32, 161–170.
- Gallardo-Moreno, A.M., González-Martín, M.L., Bruque, J.M., Pérez-Giraldo, C., Gómez-García, A.C., 2002. Temperature influence on the physicochemical surface properties and adhesion behaviour of *Enterococcus faecalis* to glass and silicone. *J. Adhes. Sci. Technol.* 16, 1215–1223.
- Gautam, R., Saklani, A., Jachak, S.M., 2007. Indian medicinal plants as a source of antimycobacterial agents. *J. Ethnopharmacol.* 110, 200–234.
- Gérardin, P., Petrič, M., Petrissans, M., Lambert, J., Ehrhardt, J.J., 2007. Evolution of wood surface free energy after heat treatment. *Polym. Degrad. Stab.* 92, 653–657.
- Gill, A.O., Delaquis, P., Russo, P., Holley, R.A., 2002. Evaluation of antilisterial action of cilantro oil on vacuum packed ham. *Int. J. Food Microbiol.* 73, 83–92.
- Gobakken, L.R., Vestøl, G.I., 2012. Surface mould and blue stain fungi on coated Norway spruce cladding. *Int. Biodeterior. Biodegradation* 75, 181–186.
- Good, R.J., Girifalco, L.A., 1960. A Theory for estimation of surface and interfacial energies. III. Estimation of surface energies of solids from contact angle data. *J. Phys. Chem.* 64, 561–565.
- Goodell, B., Qian, Y., Jellison, J., 2008. Fungal decay of wood: Soft rot-brown rot-white rot. *Dev. Commer. Wood Preserv.* Chapter 2 982, 9–31.
- Gorgij, R., Tarmian, A., Karimi, A.N., 2014. Effect of chitosan on the mold resistance of wood and its surface properties. *Int. J. Lignocellul. Prod.* 1, 39–49.
- Gottenbos, B., Grijpma, D.W., van der Mei, H.C., Feijen, J., Busscher, H.J., 2001. Antimicrobial effects of positively charged surfaces on adhering Gram-positive and Gram-negative bacteria. *J. Antimicrob. Chemother.* 48, 7–13.
- Greaves, H., 1971. The bacterial factor in wood decay. *Wood Sci. Technol.* 5, 6–16.
- Greaves, H., 1969. Micromorphology of the bacterial attack of wood. *Wood Sci. Technol.* 3, 150–166.
- Hager, R., 1995. Waterborne silicones as wood preservatives. International Research Group on Wood Preservation (IRG/WP 95-30062).
- Hajlaoui, H., Trabelsi, N., Noumi, E., Snoussi, M., Fallah, H., Ksouri, R., Bakhrouf, A., 2009. Biological activities of the essential oils and methanol extract of two cultivated mint species (*Mentha longifolia* and *Mentha pulegium*) used in the Tunisian folkloric medicine. *World J. Microbiol. Biotechnol.* 25, 2227–2238.
- Hall-Stoodley, L., Stoodley, P., Kathju, S., Høiby, N., Moser, C., William Costerton, J.,

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- Moter, A., Bjarnsholt, T., 2012. Towards diagnostic guidelines for biofilm-associated infections. *FEMS Immunol. Med. Microbiol.* 65, 127–145.
- Haluk, J.P., 1994. Le bois : matériau d'ingénierie. Composition chimique du bois. Ed. Arbolor, Nancy.
- Hamadi, F., 2005. Effet des conditions environnementales sur les propriétés physico-chimiques de la surface des bactéries et sur leur adhésion au verre : Rôle des différentes propriétés physico-chimiques dans le phénomène d'adhésion. [Thèse Dr. - Univ. Cadi Ayyad, Fac. des Sci. Tech. Marrakech.
- Hamadi, F., Latrache, H., Mabrouki, M., Elghmari, A., Outzourhit, A., Ellouali, M., Chtaini, A., 2005. Effect of pH on distribution and adhesion of *Staphylococcus aureus* to glass. *J. Adhes. Sci. Technol.* 19, 73–85.
- Hamadi, F., Latrache, H., Zahir, H., Elghmari, A., Timinouni, M., Ellouali, M., 2008. The relation between *Escherichia coli* surface functional groups' composition and their physicochemical properties. *Brazilian J. Microbiol.* 39, 10–15.
- Hamadi, F., Latrache, H., Zekraoui, M., Ellouali, M., Bengourram, J., 2009. Effect of pH on surface energy of glass and Teflon and theoretical prediction of *Staphylococcus aureus* adhesion. *Mater. Sci. Eng. C* 29, 1302–1305.
- Hansma, H.G., Pietrasanta, L.I., Auerbach, I.D., Sorenson, C., Golan, R., Holden, P.A., 2000. Probing biopolymers with the atomic force microscope: A review. *J. Biomater. Sci. Polym. Ed.* 11, 675–683.
- Harkes, G., Feijen, J., Dankert, J., 1991. Adhesion of *Escherichia coli* on to a series of poly(methacrylates) differing in charge and hydrophobicity. *Biomaterials* 12, 853–860.
- HCEFLCD, 2015. Synthèse de l'Inventaire Forestier National Marocain. Direction de Développement Forestier, Rabat.
- HCEFLCD, 2008. Stratégie nationale de développement du secteur des Plantes Aromatiques et Médicinales au Maroc. Rapport Final 70 p.
- Heilmann, C., Hussain, M., Peters, G., Götz, F., 1997. Evidence for autolysin-mediated primary attachment of *Staphylococcus epidermidis* to a polystyrene surface. *Mol. Microbiol.* 24, 1013–1024.
- Helal, G.A., Sarhan, M.M., Abu Shahla, A.N.K., Abou El-Khair, E.K., 2007. Effects of *Cymbopogon citratus* L. essential oil on the growth, morphogenesis and aflatoxin production of *Aspergillus flavus* ML2-strain. *J. Basic Microbiol.* 47, 5–15.
- Helal, G.A., Sarhan, M.M., Abu Shahla, A.N.K., Abou El-Khair, E.K., 2006. Effects of *Cymbopogon citratus* L. essential oil on the growth, lipid content and morphogenesis of *Aspergillus niger* ML2-strain. *J. Basic Microbiol.* 46, 456–469.
- Herald, P.J., Zottola, E.A., 1988. Scanning Electron Microscopic Examination of *Yersinia enterocolitica* Attached to Stainless Steel at Selected Temperatures and pH values. *J. Food Prot.* 51, 445–448.
- Hermansson, M., 1999. The DLVO theory in microbial adhesion. *Colloids Surfaces B Biointerfaces* 14, 105–119.
- Hill, C., 2006. Wood modification: chemical, thermal and other processes., Wiley Series in Renewable Resources.
- Hillis, W.E., 1975. The role of wood characteristics in high temperature drying. *J. Inst. wood*

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- Sci. 7, 60–65.
- Hogt, A.H., Dankert, J., De Vries, J.A., Feijen, J., 1983. Adhesion of Coagulase-negative Staphylococci to Biomaterials. *J. Gen. Microbiol.* 129, 2959–2968.
- Hori, K., Matsumoto, S., 2010. Bacterial adhesion: From mechanism to control. *Biochem. Eng. J.* 48, 424–434.
- Horn, H., Reiff, H., Morgenroth, E., 2003. Simulation of growth and detachment in biofilm systems under defined hydrodynamic conditions. *Biotechnol. Bioeng.* 81, 607–617.
- Humar, M., Lesar, B., 2013. Efficacy of linseed and tung oil treated wood against wood decay fungi and water uptake. *Int. Biodeterior. Biodegrad.* 85, 223–227.
- Husmark, U., Rönner, U., 1993. Adhesion of bacillus cereus spores to different solid surfaces: Cleaned or conditioned with various food agents. *Biofouling* 7, 57–65.
- Jana, T.K., Srivastava, A.K., Csery, K., Arora, D.K., 1999. Influence of growth and environmental conditions on cell surface hydrophobicity of *Pseudomonas fluorescens* in non-specific adhesion. *Can. J. Microbiol.* 46, 28–37.
- Jansen, B., Kohnen, W., 1995. Prevention of biofilm formation by polymer modification. *J. Ind. Microbiol.* 15, 391–396.
- Jeffs, L.B., Xavier, I.J., Matai, R.E., Khachatourians, G.G., 1999. Relationships between fungal spore morphologies and surface properties for entomopathogenic members of the genera *Tolyposcladium*, and *Verticillium*. *Can. J. Microbiol.* 45, 936–948.
- Jiang, H., Kamdem, D.P., 2010. Characterization of the surface and the interphase of PVC-copper amine-treated wood composites. *Appl. Surf. Sci.* 256, 4559–4563.
- Jodin, P., 1994. Le bois, matériau d'ingénierie. Association pour la recherche sur le bois en Lorraine, Nancy 433 p.
- Johnston, S.R., Boddy, L., Weightman, A.J., 2016. Bacteria in decomposing wood and their interactions with wood-decay fungi Sarah. *FEMS Microbiol. Ecol.* 92, 1–14.
- Joseleau, J.P., 1980. Les hémicelluloses. In B. Monties (Ed) les polymères végétaux, polymères pariétaux et alimentaires non azotés. Bordas, Paris. 87–121.
- Jucker, B.A., Harms, H., Zehnder, A.J.B., 1996. Adhesion of the positively charged bacterium *Stenotrophomonas* (*Xanthomonas*) *maltophilia* 70401 to glass and teflon. *J. Bacteriol.* 178, 5472–5479.
- Kamkar, A., Javan, A.J., Asadi, F., Kamalinejad, M., 2010. The antioxidative effect of Iranian *Mentha pulegium* extracts and essential oil in sunflower oil. *Food Chem. Toxicol.* 48, 1796–1800.
- Kang, S., Bremer, P.J., Kim, K., Mcquillan, A.J., 2006. Monitoring Metal Ion Binding in Single-Layer *Pseudomonas aeruginosa* Biofilms Using ATR - IR Spectroscopy. *Langmuir* 22, 286–291.
- Katsikogianni, M., Missirlis, Y.F., 2004. Concise review of mechanisms of bacterial adhesion to biomaterials and of techniques used in estimating bacteria-material interactions. *Eur. Cell. Mater.* 8, 37–57.
- Kerr, A., Beveridge, C.M., Cowling, M.J., Hodgkiess, T., Parr, A.C.S., Smith, M.J., 1999. Some physical factors affecting the accumulation of biofouling. *J. Mar. Biol. Assoc. United Kingdom* 79, 357–359.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- Khan, A., Ahmad, A., Akhtar, F., Yousuf, S., Xess, I., Khan, L.A., Manzoor, N., 2010. *Ocimum sanctum* essential oil and its active principles exert their antifungal activity by disrupting ergosterol biosynthesis and membrane integrity. *Res. Microbiol.* 161, 816–823.
- Khia, A., Ghanmi, M., Satrani, B., Aafi, A., Aberchane, M., Quaboul, B., Chaouch, A., Amusant, N., Charrouf, Z., 2014. Effet de la provenance sur la qualité chimique et microbiologique des huiles essentielles de *Rosmarinus officinalis* L. du Maroc. *Phytotherapie* 12, 341–347.
- Kim, J.S., Skinner, M., Hata, T., Parker, B.L., 2010. Effects of culture media on hydrophobicity and thermotolerance of Bb and Ma conidia, with description of a novel surfactant based hydrophobicity assay. *J. Invertebr. Pathol.* 105, 322–328.
- Kim, Y.S., Singh, A.P., 2000. Micromorphological Characteristics of Wood Biodegradation in Wet Environments: A review. *IAWA J.* 21, 135–155.
- Kinner, N.E., Balkwill, D.L., Bishop, P.L., 1983. Light and electron microscopic studies of microorganisms growing in rotating biological contactor biofilms. *Appl. Environ. Microbiol.* 45, 1659–1669.
- Kollmann, F.F.P., Cote, W.A.J., 1984. *Principles of Wood Science and Technology: Volume 1: Solid Wood.* New York, Springer. 93–96.
- Koo, H., Allan, R.N., Howlin, R.P., Stoodley, P., Hall-Stoodley, L., 2017. Targeting microbial biofilms: Current and prospective therapeutic strategies. *Nat. Rev. Microbiol.* 15, 740–755.
- Korber, D.R., Lawrence, J.R., Lappin-Scott, H.M., Costerton, J.W., 1995. “Growth of microorganisms on surfaces,” In: *Microbial Biofilms*, Lappin-Scott and J.W. Costerton (Eds.).
- Kuspradini, H., Putri, A.S., Sukaton, E., Mitsunaga, T., 2016. Bioactivity of Essential Oils from Leaves of *Dryobalanops lanceolata*, *Cinnamomum burmannii*, *Cananga odorata*, and *Scorodocarpus borneensis*. *Agric. Agric. Sci. Procedia* 9, 411–418.
- Lancini, G., Parenti, F., Gallo, G.G., 1993. *Antibiotics : a multidisciplinary approach*, 2nd ed., Springer, Berlin.
- Lawrence, J.R., Neu, T.R., 2003. Microscale analyses of the formation and nature of microbial biofilm communities in river systems. *Rev. Environ. Sci. Biotechnol.* 2, 85–97.
- Lawrence, J.R., Swerhone, G.D.W., Leppard, G.G., Araki, T., Zhang, X., West, M.M., Hitchcock, A.P., 2003. Scanning Transmission X-Ray, Laser Scanning, and Transmission Electron Microscopy Mapping of the Exopolymeric Matrix of Microbial Biofilm. *Appl. Environ. Microbiol.* 69, 5543–4454.
- Leis, A.P., Schlicher, S., Franke, H., Strathmann, M., 2005. Optically Transparent Porous Medium for Nondestructive Studies of Microbial Biofilm Architecture and Transport Dynamics. *Appl. Environ. Microbiol.* 71, 4801–4808.
- Lewandowski, Z., 2000. “Structure and Function of Biofilms,” In: *Biofilms: Recent Advances in Their Study and Control*, L.V. Evans (ed), Harwood Academic Publishers. 1–17.
- Liebgoth, T., Miollan, M., Berchadsky, Y., Drieu, K., Culcasi, M., Pietri, S., 2000. Complementary cardioprotective effects of flavonoid metabolites and terpenoid constituents of *Ginkgo biloba* extract (EGb 761) during ischemia and reperfusion. *Basic Res. Cardiol.* 95, 368–377.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- Liu, Y., Tay, J.-H., 2002. The essential role of hydrodynamic shear force in the formation of biofilm and granular sludge. *Water Res.* 36, 1653–1665.
- Liu, Y., Yang, S.F., Li, Y., Xu, H., Qin, L., Tay, J.H., 2004. The influence of cell and substratum surface hydrophobicities on microbial attachment. *J. Biotechnol.* 110, 251–256.
- Loizzo, M.R., Saab, A., Tundis, R., Statti, G.A., Lampronti, I., Menichini, F., Gambari, R., Cinatl, J., Doerr, H.W., 2008. Phytochemical analysis and in vitro evaluation of the biological activity against herpes simplex virus type 1 (HSV-1) of *Cedrus libani* A. Rich. *Phytomedicine* 15, 79–83.
- Lozhechnikova, A., Vahtikari, K., Hughes, M., Österberg, M., 2015. Toward energy efficiency through an optimized use of wood: The development of natural hydrophobic coatings that retain moisture-buffering ability. *Energy Build.* 105, 37–42.
- Ludwicka, A., Jansen, B., Wadstrom, T., Pulverer, G., 1984. Attachment of Staphylococci to Various Synthetic Polymers. *Zentralblatt für Bakteriologie, Mikrobiologie und Hygiene, Serie A, Medizinische Mikrobiologie, Infektionskrankheiten, Virologie, Parasitologie* 489, 479–489.
- M'herit, O., Benzyane, M., 2006. *Le cèdre de l'Atlas: mémoire du temps*. Edition Mardaga (Belgique): Mardaga 288.
- Mafu, A.A., Plumety, C., Deschênes, L., Goulet, J., 2011. Adhesion of pathogenic bacteria to food contact surfaces: Influence of pH of culture. *Int. J. Microbiol.* 1–10.
- Magaldi, S., Mata-essayag, S., Hartung De Capriles, C., Perez, C., Colella, M.T., Olaizola, C., Ontiveros, Y., 2004. Well diffusion for antifungal susceptibility testing. *Int. J. Infect. Dis.* 8, 39–45.
- Mahmoud, A.A., Eissa, A.M.F., Omar, M.S., El-Sawy, A.A., Shaaban, A.F., 2003. Improvement of white pine wood properties by impregnation with mixtures of methyl methacrylate and phthalimide monomers, subsequent in situ copolymerization. *Pigment Resin Technol.* 32, 24–29.
- Mahmoud, A.A., Eissa, A.M.F., Omar, M.S., El-Sawy, A.A., Shaaban, A.F., 2001. Improvements of white pine wood properties by impregnation with unsaturated polyesters in admixture with styrene. *J. Appl. Polym. Sci.* 82, 1410–1416.
- Mangwani, N., Dash, H.R., Chauhan, A., Das, S., 2012. Bacterial quorum sensing: Functional features and potential applications in biotechnology. *J. Mol. Microbiol. Biotechnol.* 22, 215–227.
- Manner, H.I., Elevitch, C.R., 2006. *Cananga odorata* (ylang-ylang). Species profiles for Pacific Island Agroforestry, <http://www.agroforestry.net/tti/Cananga-ylang-ylang>. 1–11.
- Mansouri, N., Satrani, B., Ghanmi, M., El ghadraoui, L., Aafi, A., Farah, A., 2010. Valorisation des huiles essentielles de *Juniperus thurifera* et de *Juniperus oxycedrus* du Maroc. *Phytothérapie* 8, 166–170.
- Marcum, D.B., Hanson, B.R., 2006. Effect of irrigation and harvest timing on peppermint oil yield in California. *Agric. Water Manag.* 82, 118–128.
- Mata, A.T., Proença, C., Ferreira, A.R., Serralheiro, M.L.M., Nogueira, J.M.F., Araújo, M.E.M., 2007. Antioxidant and antiacetylcholinesterase activities of five plants used as Portuguese food spices. *Food Chem.* 103, 778–786.
- Mattazi, N., Farah, A., Fadil, M., Chraïbi, M., Fikri-Benbrahim, K., 2015. Essential oils analysis and antibacterial activity of the leaves of *Rosmarinus officinalis*, *Salvia*

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- officinalis and *Mentha piperita* cultivated in agadir (Morocco). *Int. J. Pharm. S ciences* 7, 73–79.
- Maya, B.M., Abedini, A., Gangloff, S.C., Kabouche, A., Kabouche, Z., Voutquenne-Nazabadioko, L., 2017. A new δ -tocotrienolic acid derivative and other constituents from the cones of *Cedrus atlantica* and their in vitro antimicrobial activity. *Phytochem. Lett.* 20, 252–258.
- McCallister, E.W., Carey, L.C., Brady, P.G., Heller, R., Kovacs, S.G., 1993. The role of polymeric surface smoothness of biliary stents in bacterial adherence, biofilm deposition, and stent occlusion. *Gastrointest. Endosc.* 39, 422–425.
- McEldowney, S., Fletcher, M., 1986. Variability of the influence of physicochemical factors affecting bacterial adhesion to polystyrene substrata. *Appl. Environ. Microbiol.* 52, 460–465.
- McVicar, J., 2010. *La passion des herbes aromatiques, culinaires, médicinales, cosmétiques et comment les cultiver*. 3ème ed. revue et augmentée. Laval (Québec), Guy Saint-Jean Editeur 304.
- Meinders, J.M., van der Mei, H.C., Busscher, H.J., 1995. Deposition Efficiency and Reversibility of Bacterial Adhesion under Flow. *J. Colloid Interface Sci.* 176, 329–341.
- Militz, H., 2002. Thermal treatment of wood: European Processes and their background. International Research Group on Wood Preservation (IRG/WP 02-40241).
- Mišljenović, N., Mosbye, J., Schüller, R.B., Lekang, O.-I., Salas-Bringas, C., 2015. Physical quality and surface hydration properties of wood based pellets blended with waste vegetable oil. *Fuel Process. Technol.* 134, 214–222.
- Mohammed-Ziegler, I., Oszlánczi, Á., Somfai, B., Hórvölgyi, Z., Pászli, I., Holmgren, A., Forsling, W., 2004. Surface free energy of natural and surface-modified tropical and European wood species. *J. Adhes. Sci. Technol.* 18, 687–713.
- Mortabit, D., Zyani, M., Ibsouda Koraichi, S., 2014. Psychrophilic Wood-inhabiting bacteria at the old Medina of Fez. *Int. J. Innov. Sci. Eng. Technol.* 1, 102–110.
- Mortabit, D., Zyani, M., Koraichi, S.I., 2015. Biological control of wood decay fungi by *Streptomyces* strains's extract. *Int. J. Innov. Sci. Res.* 14, 100–103.
- Mourey, A., Canillac, N., 2002. Anti-*Listeria monocytogenes* activity of essential oils components of conifers. *Food Control* 13, 289–292.
- Muñoz-Bertomeu, J., Arrillaga, I., Segura, J., 2007. Essential oil variation within and among natural populations of *Lavandula latifolia* and its relation to their ecological areas. *Biochem. Syst. Ecol.* 35, 479–488.
- Murga, R., Stewart, P.S., Daly, D., 1995. Quantitative analysis of biofilm thickness variability. *Biotechnol. Bioeng.* 45, 503–510.
- Necmettin, Y., Mehmet Hakki, A., Siegfried, N., Hubert, K., Tuncay Efe, F., 2005. Chemical composition of the essential oils from oleoresin on cones of *Cedrus libani*. *Asian J. Chem.* 2300–2306.
- Neu, T.R., Woelfl, S., Lawrence, J.R., 2004. Three-dimensional differentiation of photoautotrophic biofilm constituents by multi-channel laser scanning microscopy (single-photon and two-photon excitation). *J. Microbiol. Methods* 56, 161–172.
- Nicosia, G., Fohrer, F., Dechezleprêtre, Y., De Billerbeck, V.G., 2013. Étude comparative de

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- substances bioactives pour la protection des biens patrimoniaux contre les insectes ravageurs. CeROArt [En ligne] URL : <http://ceroart.revues.org/3361>.
- Niemenmaa, O., Uusi-Rauva, A., Hatakka, A., 2008. Demethoxylation of [O14CH3]-labelled lignin model compounds by the brown-rot fungi *Gloeophyllum trabeum* and *Poria* (*Postia*) *placenta*. *Biodegradation* 19, 555–565.
- O'sullivan, A.C., 1997. Cellulose: the structure slowly unravels. *Cellulose* 4, 173–207.
- Ochoa, J.C., Coufort, C., Escudié, R., Liné, A., Paul, E., 2007. Influence of non-uniform distribution of shear stress on aerobic biofilms. *Chem. Eng. Sci.* 62, 3672–3684.
- Oonmetta-aree, J., Suzuki, T., Gasaluck, P., Eumkeb, G., 2006. Antimicrobial properties and action of galangal (*Alpinia galanga* Linn.) on *Staphylococcus aureus*. *LWT - Food Sci. Technol.* 39, 1214–1220.
- Ørstavik, D., 1977. Sorption of *Staphylococcus Faecium* to glass. *Acta Pathol. Microbiol. Scand. Sect. B* 85, 38–46.
- Ortiz, R., Navarrete, H., Navarrete, J., Párraga, M., Carrasco, I., De, E., Ortiz, M., Herrera, P., Blanchette, R.A., 2014. Deterioration, decay and identification of fungi isolated from wooden structures at the Humberstone and Santa Laura saltpeter works: A world heritage site in Chile. *Int. Biodeterior. Biodegradation* 86, 309–316.
- Pagès, G., Salehi M., A., Dvinskikh, S.V., Johansson, M.K.G., Furó, I., 2012. Vegetable oil reactions within wood studied by direct ¹³C excitation with ¹H decoupling and magic-angle sample spinning (MAS) NMR. *Prog. Org. Coatings* 259–263.
- Parlement Européen, Conseil de l'Union Européenne. Directive 98/8/CE, 1998. . J. Off. des Communautés Eur. du 24 avril 1998. n° L 123. 63 p.
- Pelletier, C., Bouley, C., Cayuela, C., Bouttier, S., Bourlioux, P., Bellon-Fontaine, M.N., 1997a. Cell surface characteristics of *Lactobacillus casei* subsp. *casei*, *Lactobacillus paracasei* subsp. *paracasei*, and *Lactobacillus rhamnosus* strains. *Appl. Environ. Microbiol.* 63, 1725–31.
- Pelletier, C., Bouley, C., Cayuela, C., Bouttier, S., Bourlioux, P., Bellon-Fontaine, M.N., 1997b. Cell surface characteristics of *Lactobacillus casei* subsp. *casei*, *Lactobacillus paracasei* subsp. *paracasei*, and *Lactobacillus rhamnosus* strains. *Appl. Environ. Microbiol.* 63, 1725–31.
- Pesavento, G., Calonico, C., Bilia, A.R., Barnabei, M., Calesini, F., Addona, R., Mencarelli, L., Carmagnini, L., Di Martino, M.C., Lo Nostro, A., 2015. Antibacterial activity of *Oregano*, *Rosmarinus* and *Thymus* essential oils against *Staphylococcus aureus* and *Listeria monocytogenes* in beef meatballs. *Food Control* 54, 188–199.
- Pfeffer, A., Dieste, A., Mai, C., Militz, H., 2011. Effects of water glass and DMDHEU treatment on the colonisation of wood by *Aureobasidium pullulans*. *Eur. J. Wood Prod.* 69, 303–309.
- Pintore, G., Usai, M., Bradesi, P., Juliano, C., Boatto, G., Tomi, F., Chessa, M., Cerri, R., Casanova, J., 2002. Chemical composition and antimicrobial activity of *Rosmarinus officinalis* L. oils from Sardinia and Corsica. *Flavour Fragr. J.* 17, 15–19.
- Potočnáková, L., Hnilica, J., Kudrle, V., 2013. Increase of wettability of soft- and hardwoods using microwave plasma. *Int. J. Adhes. Adhes.* 45, 125–131.
- Pradier, C.M., Rubio, C., Poleunis, C., Bertrand, P., Marcus, P., Compère, C., 2005. Surface characterization of three marine bacterial strains by fourier transform IR, X-ray

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- photoelectron spectroscopy, and time-of-flight secondary-ion mass spectrometry, correlation with adhesion on stainless steel surfaces. *J. Phys. Chem. B* 109, 9540–9549.
- Prashar, A., Hili, P., Veness, R.G., Evans, C.S., 2003. Antimicrobial action of palmarosa oil (*Cymbopogon martinii*) on *Saccharomyces cerevisiae*. *Phytochemistry* 63, 569–75.
- Pratt-Terpstra, I.H., Weerkamp, A.H., Busscher, H.J., 1988. On a relation between interfacial free energy-dependent and noninterfacial free energy-dependent adherence of oral streptococci to solid substrata. *Curr. Microbiol.* 16, 311–313.
- Purevdorj-Gage, L.B., Stoodley, P., 2004. Hydrodynamic considerations of biofilm structure and behavior. In, Ghannoum, Mahmoud and O'Toole, George A. (eds.) *Microbial Biofilms*. Washington, US. ASM Press. 160–173.
- Quirynen, M., van der Mei, H.C., Bollen, C.M.L., Schotte, A., Marechal, M., Doornbusch, G.I., Naert, I., Busscher, H.J., Van Steenberghe, D., 1993. An in vivo Study of the Influence of the Surface Roughness of Implants on the Microbiology of Supra- and Subgingival Plaque. *J. Dent. Res.* 72, 1304–1309.
- Rani, B.E.A., Basu, B.B.J., 2012. Green Inhibitors for Corrosion Protection of Metals and Alloys : An Overview. *Int. J. Corros.* 2012, 1–15.
- Redman, J.A., Walker, S.L., Elimelech, M., 2004. Bacterial Adhesion and Transport in Porous Media: Role of the Secondary Energy Minimum. *Environ. Sci. Technol.* 38, 1777–1785.
- Renau-Morata, B., Nebauer, S.G., Sales, E., Allainguillaume, J., Caligari, P., Segura, J., 2005. Genetic diversity and structure of natural and managed populations of *Cedrus atlantica* (Pinaceae) assessed using random amplified polymorphic DNA. *Am. J. Bot.* 92, 875–884.
- Rhafouri, R., Strani, B., Zair, T., Ghanmi, M., Aafi, A., 2014. Chemical composition , antibacterial and antifungal activities of the *Cedrus atlantica* (Endl .) Manettiex Carrière seeds essential oil. *Mediterr. J. Chem.* 3, 1034–1043.
- Rochford, E.T.J., Richards, R.G., Moriarty, T.F., 2012. Influence of material on the development of device-associated infections. *Clin. Microbiol. Infect.* 18, 1162–1167.
- Römling, U., Kjelleberg, S., Normark, S., Nyman, L., Uhlin, B.E., Åkerlund, B., 2014. Microbial biofilm formation: A need to act. *J. Intern. Med.* 276, 98–110.
- Rossi, Y.E., Canavoso, L., Palacios, S.M., 2012. Molecular response of *Musca domestica* L. to *Mintostachys verticillata* essential oil, (4R)(+)-pulegone and menthone. *Fitoterapia* 83, 336–342.
- Rota, M.C., Herrera, A., Martínez, R.M., Sotomayor, J.A., Jordán, M.J., 2008. Antimicrobial activity and chemical composition of *Thymus vulgaris*, *Thymus zygis* and *Thymus hyemalis* essential oils. *Food Control* 19, 681–687.
- Roussel, C., Marchetti, V., Lemor, A., Wozniak, E., Loubinoux, B., Gérardin, P., 2001. Chemical modification of wood by polyglycerol/maleic anhydride treatment. *Holzforschung* 55, 57–62.
- Rozman, H.D., Kumar, R.N., Abusamah, A., 1995. Rubberwood-polymer composites based on glycidyl methacrylate and diallyl phthalate. *J. Appl. Polym. Sci.* 57, 1291–1297.
- Rutter, P.R., Vincent, B., 1980. Adhesion of microorganisms to surfaces: physic-chemical aspects. In: *Microbial Adhesion to surfaces*. Ellis Horwood publishers, London.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- Sadiki, M., 2016. Approche microbiologique et physicochimique de la biodétérioration du bois de cèdre : développement. [Thèse Dr. - Biotechnol. Microb. Univ. Sidi Mohamed Ben Abdellah, Fès. 1–187.
- Sadiki, M., Barkai, H., El abed, S., Asri, M., Elabed, A., Loukili, J., Ibsouda Koraichi, S., 2015a. The anti-adherent activity of plant extracts on *Penicillium commune* spores causing cedar wood decay: An ESEM analysis. *J. Adhes.* 92, 295–305.
- Sadiki, M., Barkai, H., Ibsouda Koraichi, S., Elabed, S., 2014. The effect of the *Thymus vulgaris* extracts on the physicochemical characteristics of cedar wood using angle contact measurement. *J. Adhes. Sci. Technol.* 28, 1925–1934.
- Sadiki, M., El Abed, S., Balouiri, M., Barkai, H., El Bergadi, F.Z., El Farricha, O., Ibsouda Koraichi, S., 2017a. Combined effect of essential oils against bacteria associated with deterioration of historical wood. *J. Mater. Environ. Sci.* 8, 594–602.
- Sadiki, M., El abed, S., Barkai, H., Balouiri, M., El Bergadi, F.Z., Ibsouda Koraichi, S., 2016. Plant Extracts Effect on the Cell Fungal Surface Hydrophobicity and Acid-base Properties. *Res. J. Microbiol.* 11, 139–145.
- Sadiki, M., El abed, S., Barkai, H., Laachari, F., Ibsouda Koraichi, S., 2015b. The impact of *Thymus vulgaris* extractives on cedar wood surface energy: Theoretical and experimental of *Penicillium* spores adhesion. *Ind. Crops Prod.* 77, 1020–1027.
- Sadiki, M., Elabed, S., Barkai, H., Balouiri, M., Nasri, A., Ibsouda Koraichi, S., 2017b. The modification of cedar wood surface properties for the prevention of fungal adhesion. *Int. J. Adhes. Adhes.* 75, 40–46. doi:10.1016/j.ijadhadh.2017.01.007
- Sadiki, M., Ibsouda Koraichi, S., El Abed, S., Lachkar, M., 2017c. Bio-formulation pour préservation du bois de cèdre. Brevet N° : 41078. Office Marocain de la Propriété Industrielle et Commerciale.
- Sailer, M., Rapp, A.O., Leithoff, H., 2000. Improved resistance of Scots pine and Spruce by application of an oil-heat treatment. International Research Group on Wood Preservation (IRG/WP 00-40162).
- Salehi M., A., 2012. Chemical Interactions between Fatty Acids and Wood Components during Oxidation Process. [Thèse Dr. KTH, R. Inst. Technol. Stock. 1–63.
- Satou, N., Satou, J., Shintani, H., Okuda, K., 1988. Adherence of Streptococci to Surface-modified Glass. *J. Gen. Microbiol.* 134, 1299–1300.
- Satrani, B., 2006. Composition chimique et activité antimicrobienne des huiles essentielles extraites par hydrodistillation fractionnée du bois de *Cedrus atlantica* Manetti. *Acta Bot. Gall.* 153, 97–104.
- Scheuerman, T.R., Camper, A.K., Hamilton, M.A., 1998. Effects of substratum topography on Bacterial Adhesion. *J. Colloid Interface Sci.* 208, 23–33.
- Schmid, T., Kazarian, L., Panne, U., Niessner, R., 2001. Depth-Resolved Analysis of Biofilms by Photoacoustic Spectroscopy. *Anal. Sci.* 17, s574–s577.
- Schmid, T., Panne, U., Haisch, C., Niessner, R., 2003. Biofilm monitoring by photoacoustic spectroscopy (PAS). *Water Sci. Technol.* 47, 25–29.
- Schreiber, J., Chanrion, P., 2002. Les différents procédés, Bois traité par haute température.
- Schultz, T.P., Nicholas, D.D., 2000. Naturally durable heartwood: Evidence for a proposed dual defensive function of the extractives. *Phytochemistry* 54, 47–52.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- Simões, M., Simões, L.C., Vieira, M.J., 2010. A review of current and emergent biofilm control strategies. *LWT - Food Sci. Technol.* 43, 573–583.
- Sjollema, J., Van Der Mei, H.C., Uyen, H.M.W., Busscher, H.J., 1990. The influence of collector and bacterial cell surface properties on the deposition of oral streptococci in a parallel plate flow cell. *J. Adhes. Sci. Technol.* 4, 765–777.
- Skovager, A., Larsen, M.H., Castro-Mejia, J.L., Hecker, M., Albrecht, D., Gerth, U., Arneborg, N., Ingmer, H., 2013. Initial adhesion of *Listeria monocytogenes* to fine polished stainless steel under flow conditions is determined by prior growth conditions. *Int. J. Food Microbiol.* 165, 35–42.
- Soidrou, S.H., Farah, A., Satrani, B., Ghanmi, M., Jennan, S., Hassane, S.O.S., Lachkar, M., El Abed, S., Ibsouda Koraichi, S., Bousta, D., 2013. Fungicidal activity of four essential oils from *Piper capense*, *Piper borbonense* and *Vetiveria zizanioides* growing in Comoros against fungi decay wood. *J. Essent. Oil Res.* 25, 216–223.
- Solpan, D., Guven, O., 1998. Comparison of the dimensional stabilities of oak and cedar wood preserved by in situ copolymerization of allyl glycidyl ether with acrylonitrile and methyl methacrylate. *Die Angew. Makromol. Chemie* 259, 33–37.
- Solpan, D., Güven, O., 1995. Radiation initiated copolymérisation of allyl 2,3 epoxypropyl ether with acrylonitrile and methyl methacrylate and their potential use in the preservation of wooden objects. *Radiat. Phys. Chem.* 46, 889–892.
- Soulounganga, P., Loubinoux, B., Wozniak, E., Lemor, A., Gérardin, P., 2004. Improvement of wood properties by impregnation with polyglycerol methacrylate. *Holz als Roh - und Werkst.* 62, 281–285.
- Stanley, P.M., 1983. Factors affecting the irreversible attachment of *Pseudomonas aeruginosa* to stainless steel. *Can. J. Microbiol.* 29, 1493–1499.
- Stashenko, E., Martinez, J.R., Macku, C., Shibamoto, T., 1993. HRGC and GC-MS Analysis of Essential Oil from Colombian. *J. High Resolut. Chromatogr.* 1991–1994.
- Stashenko, E.E., Torres, W., Morales, J.R.M., 1995. A Study of the Compositional Variation of the Essential Oil of Ylang-ylang. *J. High Resolut. Chromatogr.* 18, 101–104.
- Stenberg, C., 2004. Influence of the fatty acid pattern on the drying of linseed oils. [Thèse Dr. - Mécanique, Therm. Génie civil]. KTH, Stock. 1–34.
- Sterflinger, K., Piñar, G., 2013. Microbial deterioration of cultural heritage and works of art - Tilting at windmills? *Appl. Microbiol. Biotechnol.* 97, 9637–9646.
- Stewart, P.S., Murga, R., Rohini, S., Dirk, de B., 1995. Biofilm Structural Heterogeneity Visualized Materials By Three Microscopic Methods. *Water Res.* 29, 2006–2009.
- Stoodley, P., Boyle, J.D., Debeer, D., Lappin-scott, H.M., 1999. Evolving Perspectives of Biofilm Structure. *Biofouling* 14, 75–90.
- Stoodley, P., Cargo, R., Rupp, C.J., Wilson, S., Klapper, I., 2002. Biofilm material properties as related to shear-induced deformation and detachment phenomena. *J. Ind. Microbiol. Biotechnol.* 29, 361–367.
- Table Ciqual de composition nutritionnelle des aliments, ANSES, Agence Nationale de Sécurité Sanitaire Alimentation, Environnement, Travail. <https://ciqual.anses.fr/>, 2011.
- Tao, N., Jia, L., Zhou, H., 2014. Anti-fungal activity of *Citrus reticulata* Blanco essential oil against *Penicillium italicum* and *Penicillium digitatum*. *Food Chem.* 153, 265–271.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- Teixeira, B., Marques, A., Ramos, C., Batista, I., Serrano, C., Matos, O., Neng, N.R., Nogueira, J.M.F., Saraiva, J.A., Nunes, M.L., 2012. European pennyroyal (*Mentha pulegium*) from Portugal: Chemical composition of essential oil and antioxidant and antimicrobial properties of extracts and essential oil. *Ind. Crops Prod.* 36, 81–87.
- Temiz, A., Akbas, S., Aydin, I., Demirkir, C., 2016. The effect of plasma treatment on mechanical properties, surface roughness and durability of plywood treated with copper-based wood preservatives. *Wood Sci. Technol.* 50, 179–191.
- Templeton, W., 1969. *An Introduction to the Chemistry of the Terpenoids and Steroids*. Butterworth, London.
- Tian, J., Chen, Y., Ma, B., He, J., Tong, J., Wang, Y., 2014. *Drosera peltata* Smith var. *lunata* (Buch.-Ham.) C. B. Clarke as a feasible source of plumbagin: Phytochemical analysis and antifungal activity assay. *World J. Microbiol. Biotechnol.* 30, 737–745.
- Tian, Y., 2008. Behaviour of bacterial extracellular polymeric substances from activated sludge: a review. *Int. J. Environ. Pollut.* 32, 78–89.
- Tomé, L.C., Gonçalves, C.M.B., Boaventura, M., Brandão, L., Mendes, A.M., Silvestre, A.J.D., Neto, C.P., Gandini, A., Freire, C.S.R., Marrucho, I.M., 2011. Preparation and evaluation of the barrier properties of cellophane membranes modified with fatty acids. *Carbohydr. Polym.* 83, 836–842.
- Toussaint-Dauvergne, E., Soulounganga, P., Gérardin, P., Loubinoux, B., 2000. Glycerol/glyoxal: A new boron fixation system for wood preservation and dimensional stabilization. *Holzforschung* 54, 123–126.
- Trainor, T.P., Templeton, A.S., Eng, P.J., 2006. Structure and reactivity of environmental interfaces: Application of grazing angle X-ray spectroscopy and long-period X-ray standing waves. *J. Electron Spectros. Relat. Phenomena* 150, 66–85.
- USDA Food Composition Databases. United States Department of Agriculture, Agricultural Research Service. <https://ndb.nal.usda.gov/ndb/>, 2014.
- Vacheethasane, K., Temenoff, J.S., Higashi, J.M., Gary, A., Anderson, J.M., Bayston, R., Marchant, R.E., 1998. Bacterial surface properties of clinically isolated *Staphylococcus epidermidis* strains determine adhesion on polyethylene. *J. Biomed. Mater. Res.* 42, 425–432.
- Valgas, C., De Souza, S.M., A Smânia, E.F., Artur Smânia, J., 2007. Screening Methods to determine antibacterial activity of natural products. *Brazilian J. Microbiol.* 38, 369–380.
- Valt, A., 2009. Etude de deux procédés de polymérisation d'un précurseur gazeux dans un plasma radiofréquence basse pression et liquide déposé sur un substrat activé par décharge à barrière diélectrique à pression atmosphérique : application aux propriétés antifouling. [Thèse Dr. l'Université Pierre Marie Curie].
- Van Der Mei, H.C., Bos, R., Busscher, H.J., 1998. A reference guide to microbial cell surface hydrophobicity based on contact angles. *Colloids Surfaces B Biointerfaces* 11, 213–221.
- Van der Mei, H.C., Brokke, P., Dankert, J., Feijen, J., 1992. Influence of electrostatic interactions on the deposition efficiencies of coagulase-negative staphylococci to collector surfaces in a parallel plate flow chamber. *J. Dispers. Sci. Technol.* 13, 447–458.
- van der Mei, H.C., van de Belt-Gritter, B., Reid, G., Bialkowska-Hobrzanska, H., Busscher, H.J., 1997. Adhesion of coagulase-negative staphylococci grouped according to physico-chemical surface properties. *Microbiology* 143, 3861–3870.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- Van Loosdrecht, M.C.M., Lyklema, J., Norde, W., Schraa, G., Zehnder, A.J., 1987. The role of bacterial cell wall hydrophobicity in adhesion. *Appl. Environ. Microbiol.* 53, 1893–1897.
- van Loosdrecht, M.C.M., Lyklema, J., Norde, W., Zehnder, A.J.B., 1989. Bacterial adhesion: A physicochemical approach. *Microb. Ecol.* 17, 1–15.
- Van Oss, C.J., Chaudhury, M.K., Good, R.J., 1988. Interfacial Lifshitz-van der Waals and polar interactions in macroscopic systems. *Chem. Rev.* 88, 927–941.
- Van Oss, C.J., Chaudhury, M.K., Good, R.J., 1988. Interfacial Lifshitz-van der Waals and polar interactions in macroscopic systems. *Chem. Rev.* 88, 927–941.
- Van Oss, C.J., Good, R.J., Chaudhury, M.K., 1986. The role of van der Waals forces and hydrogen bonds in “hydrophobic interactions” between biopolymers and low energy surfaces. *J. Colloid Interface Sci.* 111, 378–390.
- Vatanyoopaisarn, S., Nazli, A., Dodd, C.E.R., Rees, C.E.D., Waites, W.M., 2000. Effect of Flagella on Initial Attachment of *Listeria monocytogenes* to Stainless Steel. *Society* 66, 860–863.
- Verwey, E.J.W., Overbeek, J.T.G., 1948. *Theory of Stability of Lyophobic Colloids*. Elsevier, Amsterdam.
- Viitanen, H., Ritschkoff, A.-C., 1991. Brown Rot Decay in Wooden Constructions: Effect of Temperature, Humidity and Moisture.
- Visser, J., 1976. The adhesion of colloidal polystyrene particles to cellophane as a function of pH and ionic strength. *J. Colloid Interface Sci.* 55, 664–677.
- Vrouwenvelder, J.S., Buiters, J., Riviere, M., van der Meer, W.G.J., van Loosdrecht, M.C.M., Kruithof, J.C., 2010. Impact of flow regime on pressure drop increase and biomass accumulation and morphology in membrane systems. *Water Res.* 44, 689–702.
- Wagner, M., Ivleva, N.P., Haisch, C., Niessner, R., Horn, H., 2009. Combined use of confocal laser scanning microscopy (CLSM) and Raman microscopy (RM): Investigations on EPS - Matrix. *Water Res.* 43, 63–76.
- Wei, S., Shi, J., Gu, J., Wang, D., Zhang, Y., 2012. Dynamic wettability of wood surface modified by acidic dyestuff and fixing agent. *Appl. Surf. Sci.* 258, 1995–1999.
- Winandy, J.E., Morrell, J.J., 1993. Relationship Between Incipient Decay, Strength, and Chemical Composition of Douglas-Fir Heartwood. *Wood Fiber Sci.* 25, 278–288.
- Wingender, J., Neu, T.R., Flemming, H.-C., 1999. *Microbial Extracellular Polymeric Substances: Characterization, Structure and Function*. Springer-Verlag, Berlin Heidelberg.
- Wright, J.R., Mathias, L.J., 1993. New lightweight materials: Balsa wood-polymer composites based on ethyl α -(hydroxymethyl)acrylate. *J. Appl. Polym. Sci.* 48, 2241–2247. doi:10.1002/app.1993.070481217
- Yelle, D.J., Wei, D., Ralph, J., Hammel, K.E., 2011. Multidimensional NMR analysis reveals truncated lignin structures in wood decayed by the brown rot basidiomycete *Postia placenta*. *Environ. Microbiol.* 13, 1091–1100.
- Young, T., 1805. An Essay on the Cohesion of Fluids. *Philos. Trans. R. Soc. London* 95, 65–87.
- Zabel, R.A., Lombard, F.F., Wang, C.J.K., Terracina, F., 1985. Fungi Associated With Decay in Treated Southern Pine Utility Poles in the Eastern United States. *Wood Fiber Sci.* 17,

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

75–91.

- Zantar, S., Haouzi, R., Chabbi, M., Laglaoui, A., Mouhib, M., Bakkali, M., Zerrouk, M.H., 2015. Effect of gamma irradiation on chemical composition, antimicrobial and antioxidant activities of *Thymus vulgaris* and *Mentha pulegium* essential oils. *Radiat. Phys. Chem.* 115, 6–11.
- Zaouali, Y., Bouzaine, T., Boussaid, M., 2010. Essential oils composition in two *Rosmarinus officinalis* L. varieties and incidence for antimicrobial and antioxidant activities. *Food Chem. Toxicol.* 48, 3144–3152.
- Zeraik, A.E., Nitschke, M., 2012. Influence of growth media and temperature on bacterial adhesion to polystyrene surfaces. *Brazilian Arch. Biol. Technol.* 55, 569–576.
- Zhang, T., Fang, H.H.P., 2001. Quantification of extracellular polymeric substances in biofilms by confocal laser scanning microscopy. *Biotechnol. Lett.* 23, 405–409.
- Zhenhua, G., Dong, L., 2007. Chemical Modification of Poplar Wood with Foaming Polyurethane Resins. *J. Appl. Polym. Sci.* 104, 2980–2985.
- Zhu, S., Chen, S., 2001. Impacts of Reynolds number on nitrification biofilm kinetics. *Aquac. Eng.* 24, 213–229.
- Zinoviadou, K.G., Koutsoumanis, K.P., Biliaderis, C.G., 2009. Physico-chemical properties of whey protein isolate films containing oregano oil and their antimicrobial action against spoilage flora of fresh beef. *Meat Sci.* 82, 338–345.
- Zrira, S., Ghanmi, M., 2016. Chemical Composition and Antibacterial Activity of the Essential of *Cedrus atlantica* (Cedarwood oil). *J. Essent. oil-bearing plants* 19, 1267–1272.
- Zyani, M., Mortabit, D., El Abed, S., Remmal, A., Ibnsouda Koraichi, S., 2011. Antifungal activity of Five Plant Essential Oils against wood decay fungi isolated from an old house at the Medina of Fez. *Int. Res. J. Microbiol.* 2, 104–108.
- Zyani, M., Mortabit, D., Mostakim, M., Iraqui, M., Haggoud, A., Ettayebi, M., Koraichi, S.I., 2009. Cellulolytic potential of fungi in wood degradation from an old house at the Medina of Fez. *Ann. Microbiol.* 59, 699–704.

Annexes

Annexe 1 : Les corrélations entre l'énergie libre totale de l'adhésion, l'énergie libre d'interaction acide-base, l'énergie libre d'interaction de Lifshitz–Van der Waals et l'adhésion expérimentale des souches fongiques sur le bois de cèdre traité avec les différentes huiles végétales.

		ΔG^{LW}	ΔG^{AB}	ΔG^{TOT}	% d'adhésion
ΔG^{LW}	Corrélation de Pearson	1	0,331	0,490*	-0,032
	Sig. (bilatérale)		0,114	0,015	0,880
	N	24	24	24	24
ΔG^{AB}	Corrélation de Pearson	0,331	1	0,985**	-0,345
	Sig. (bilatérale)	0,114		0,000	0,098
	N	24	24	24	24
ΔG^{TOT}	Corrélation de Pearson	0,490*	0,985**	1	-0,325
	Sig. (bilatérale)	0,015	0,000		0,121
	N	24	24	24	24
% d'adhésion	Corrélation de Pearson	-0,032	-0,345	-0,325	1
	Sig. (bilatérale)	0,880	0,098	0,121	
	N	24	24	24	24

*. La corrélation est significative au niveau 0,05 (bilatéral).

**.. La corrélation est significative au niveau 0,01 (bilatéral).

ANNEXES

Annexe 2 : Les corrélations entre l'énergie libre totale de l'adhésion, l'énergie libre d'interaction acide-base, l'énergie libre d'interaction de Lifshitz–Van der Waals et l'adhésion expérimentale des souches fongiques sur le bois de cèdre traité avec les différentes huiles essentielles.

		ΔG^{LW}	ΔG^{AB}	ΔG^{TOT}	% d'adhésion
ΔG^{LW}	Corrélation de Pearson	1	0,238	0,489*	0,238
	Sig. (bilatérale)		0,312	0,029	0,312
	N	20	20	20	20
ΔG^{AB}	Corrélation de Pearson	0,238	1	0,964**	-0,132
	Sig. (bilatérale)	,312		0,000	,579
	N	20	20	20	20
ΔG^{TOT}	Corrélation de Pearson	0,489*	0,964**	1	-0,053
	Sig. (bilatérale)	0,029	0,000		0,824
	N	20	20	20	20
% d'adhésion	Corrélation de Pearson	0,238	-0,132	-0,053	1
	Sig. (bilatérale)	0,312	0,579	0,824	
	N	20	20	20	20

*. La corrélation est significative au niveau 0,05 (bilatéral).

**. La corrélation est significative au niveau 0,01 (bilatéral).

ANNEXES

Annexe 3 : Les corrélations entre l'énergie libre d'interaction théorique et expérimentale, le caractère donneur d'électrons théorique et expérimentale et l'adhésion des souches fongiques sur le bois de cèdre traité avec les mélanges d'huiles.

		γ_{exp}^-	$\gamma_{thé}^-$	$\Delta G_{iwi-exp}$	$\Delta G_{iwi-thé}$	% d'adhésion
γ_{exp}^-	Corrélation de Pearson	1	0,976**	0,998**	0,976**	-0,578**
	Sig. (bilatérale)		0,000	0,000	0,000	0,008
	N	20	20	20	20	20
$\gamma_{thé}^-$	Corrélation de Pearson	0,976**	1	0,987**	1,000**	-0,486*
	Sig. (bilatérale)	0,000		0,000	0,000	0,030
	N	20	20	20	20	20
$\Delta G_{iwi-exp}$	Corrélation de Pearson	0,998**	0,987**	1	0,988**	-0,566**
	Sig. (bilatérale)	0,000	0,000		0,000	0,009
	N	20	20	20	20	20
$\Delta G_{iwi-thé}$	Corrélation de Pearson	0,976**	1,000**	0,988**	1	-0,494*
	Sig. (bilatérale)	0,000	0,000	0,000		0,027
	N	20	20	20	20	20
% d'adhésion	Corrélation de Pearson	-0,578**	-0,486*	-0,566**	-0,494*	1
	Sig. (bilatérale)	0,008	0,030	0,009	0,027	
	N	20	20	20	20	20

*. La corrélation est significative au niveau 0,05 (bilatéral).

** . La corrélation est significative au niveau 0,01 (bilatéral).