



INSTITUT TECHNOLOGIQUE

Etude « Blocage des tannins du chêne et du châtaignier pour une utilisation extérieure »

**Rapport final
Décembre 2017**





Etude « Blocage des tannins du chêne et du châtaignier pour une utilisation extérieure »

Laurence Podgorski ⁽¹⁾, Céline Reynaud ⁽²⁾, Mathilde Montibus ⁽³⁾

Avec le soutien financier de :



- (1) Laurence Podgorski, Pôle IBC, E&R
Tél. 05 56 43 63 66– E-mail : laurence.podgorski@fcba.fr
- (2) Céline Reynaud, Pôle IBC, E&R
Tél. 05 56 43 64 01– E-mail : celine.reynaud@fcba.fr
- (3) Mathilde Montibus, Laboratoire de Biologie
Tél. 05 56 43 63 67– E-mail : mathilde.montibus@fcba.fr

Siège social
10 rue Galilée
77420 Champs sur Marne
Tél +33 (0)1 72 84 97 84

Pôle IBC
Allée de Boutaut – BP 227
33028 Bordeaux Cedex
Tél +33 (0)5 56 43 63 00

www.fcba.fr
Siret 775 680 903 00017
APE 7219 Z
Code TVA CEE : FR 14 775 680 903

SOMMAIRE

1.	CONTEXTE.....	5
2.	SYNTHESE DE L'ENQUETE ET DE L'ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE.....	6
2.1	Synthèse de l'enquête auprès des professionnels.....	6
2.2	Synthèse de l'étude bibliographique.....	9
2.2.1	Définition des tannins.....	9
2.2.2	Structure des tannins.....	9
2.2.3	Localisation des tannins dans les plantes et le bois.....	10
2.2.4	Influence des conditions de croissance des plantes sur la production de tannins.....	11
2.2.5	Propriétés des tannins.....	11
2.2.6	La migration des tannins à la surface des bois.....	13
2.2.7	Les tannins utilisés comme biocides.....	14
3.	ESSAI D'ORIENTATION POUR LA MISE AU POINT D'UNE METHODE D'EXSUDATION DES TANNINS.....	15
3.1	Exsudation à l'aide de la blister box.....	15
3.2	Exsudation par immersion partielle.....	19
3.3	Exsudation par méthode de condensation.....	19
3.4	Exsudation selon la norme expérimentale CEN/TS 16498.....	20
3.5	Conclusion.....	21
4.	QUALIFICATIONS DE BLOQUEURS DE TANNINS VIS-A-VIS DES REMONTEES DE TANNINS.....	22
4.1	Matériels et méthodes.....	22
4.1.1	Détermination de la perméabilité liquide.....	23
4.1.2	Test d'immersion.....	24
4.1.3	Test de condensation.....	24
4.1.4	Mesure d'épaisseur.....	24
4.1.5	Mesure de couleur.....	25
4.1.6	Performance des revêtements au vieillissement.....	26
4.2	Résultats des essais de perméabilité à l'eau.....	28
4.3	Résultats des tests d'immersion.....	30
4.4	Résultats des tests de condensation.....	40
4.5	Evaluation des taches de tannins via la norme expérimentale XP CEN/TS 16498.....	45
4.6	Performance des revêtements (bloqueurs recouverts de finitions) au vieillissement.....	48
4.7	Conclusion.....	63
5.	QUALIFICATION DE BLOQUEURS DE TANNINS INDUSTRIELS.....	65
5.1	Matériels et méthodes.....	65
5.2	Perméabilité à l'eau.....	65
5.3	Test de condensation.....	67
5.4	Test selon la norme XP CEN/TS 16498.....	68
6.	NETTOYAGE DE SURFACES TACHEES PAR LES TANNINS.....	70
7.	INFLUENCE DES EXSUDATIONS DE TANNINS SUR LA DURABILITE DU CHENE ET DU CHATAIGNIER.....	80
7.1	Matériels et méthodes.....	80
7.1.1	Dé lavage selon la norme EN 84.....	81
7.1.2	Dé lavage « shower test ».....	81
7.1.3	Durabilité naturelle.....	81
7.1.4	Influence des lixiviats sur la croissance de champignons.....	81
7.1.5	Influence des lixiviats sur les daphnies.....	81

7.2 Résultats	84
7.2.1 Durabilité naturelle	84
7.2.2 Influence des lixiviats sur la croissance de champignons.....	97
7.2.1 Influence des lixiviats sur les daphnies.....	101
7.3 Conclusion	104
8. CONCLUSIONS GENERALES	106
9. REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES	109

1. CONTEXTE

Le chêne et le châtaigner sont deux essences réputées naturellement durables, et présentent donc un intérêt pour des applications extérieurs telles que le bardage, le platelage ou encore le mobilier urbain. Pour une utilisation en bardage ou en platelage, le bois peut être utilisé sans aucune finition. Dans ce cas, le vieillissement naturel conduit au grisaillement et au bleuissement du bois. Ces désordres esthétiques n'affectent en rien les propriétés mécaniques du bois.

Le chêne et le châtaigner sont également deux essences riches en tannins, qui contribuent à leur durabilité. Mais ceux-ci, au contact de l'eau, peuvent migrer à la surface du bois et provoquer des taches noirâtres. Pour éviter ce phénomène, une finition peut être appliquée sur le bois. Pour réduire les émissions de composés organiques volatils et répondre aux exigences environnementales, les finitions auparavant formulées en phase solvant sont aujourd'hui majoritairement formulées en phase aqueuse. Ces finitions peuvent donc générer des remontées de tannins hydrosolubles à la surface du bois dès leur application. De plus, ces finitions de par leur formulation, peuvent présenter une certaine perméabilité à l'eau liquide ou à la vapeur. En cas de forte humidité, les tannins peuvent donc réussir à migrer à travers la finition.

Pour éviter ce problème, certains fabricants de finitions ont également développé des bloqueurs de tannins, à utiliser en première couche avant l'application de la finition, pour limiter les taches de tannins. Mais aucune méthode normalisée n'existe actuellement pour tester l'efficacité de ces bloqueurs.

Le projet « Blocage des tannins » a donc plusieurs objectifs :

- ⇒ La mise au point d'une méthode d'exsudation des tannins pour pouvoir évaluer les bloqueurs de tannins
- ⇒ L'évaluation des bloqueurs de tannins et systèmes de finition associés
- ⇒ Le test de plusieurs méthodes de nettoyage des surfaces tachées par les tannins
- ⇒ L'influence de l'exsudation des tannins sur la durabilité naturelle du chêne et du châtaigner avec une attention particulière portée aux effluents chargés en tannins

2. SYNTHÈSE DE L'ENQUÊTE ET DE L'ÉTUDE BIBLIOGRAPHIQUE

2.1 Synthèse de l'enquête auprès des professionnels

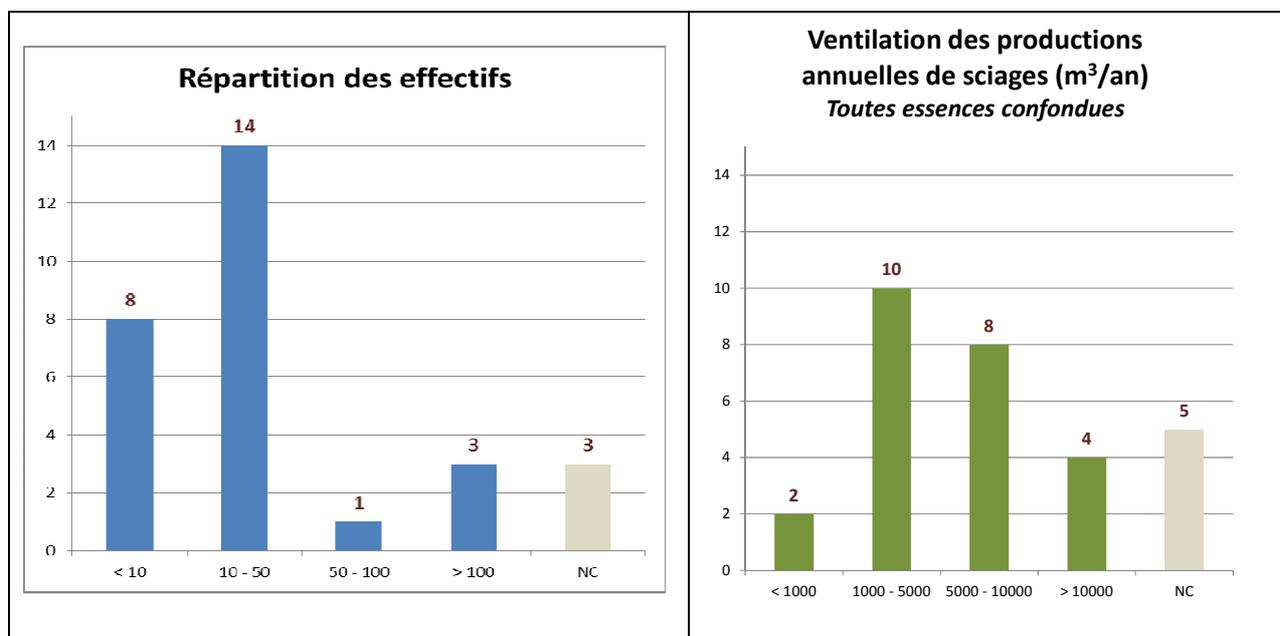
A la demande des professionnels, une enquête, en amont du programme technique a été réalisée. Elle avait deux objectifs principaux :

- connaître les pratiques des entreprises en matière de lessivage comme méthode d'élimination des tannins
- recenser les entreprises utilisant des bloqueurs de tannins.

Un questionnaire a donc été préparé par FCBA puis validé par la FNB avant diffusion à ses adhérents.

Vingt-neuf entreprises ont bien voulu répondre à l'enquête.

Leurs caractéristiques sont résumées à travers la Figure 1.



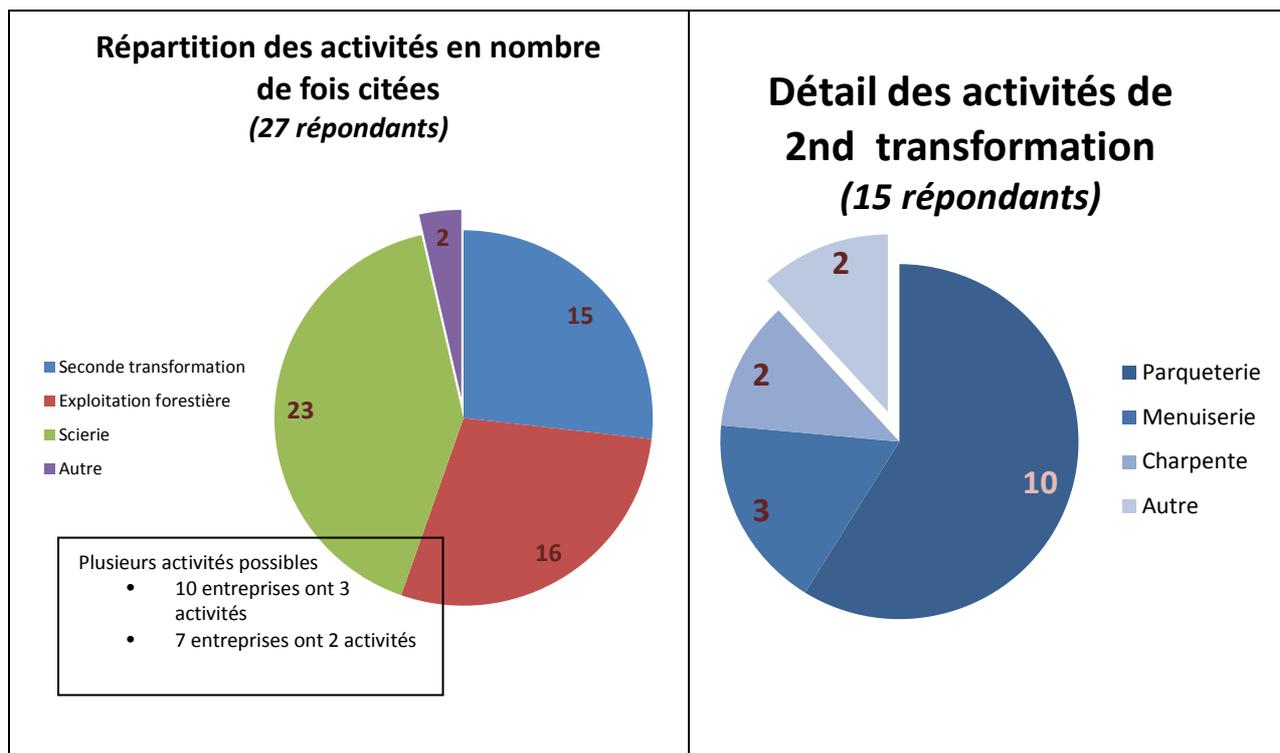


Figure 1 : Caractéristiques des entreprises ayant répondu à l'enquête

Les réponses concernant la pratique du lessivage ont montré que 72% des entreprises ayant répondu à l'enquête ne pratiquent pas le lessivage. Les raisons de pratiquer le lessivage sont résumées dans la Figure 2 qui révèle un souhait d'étude sur le sujet.

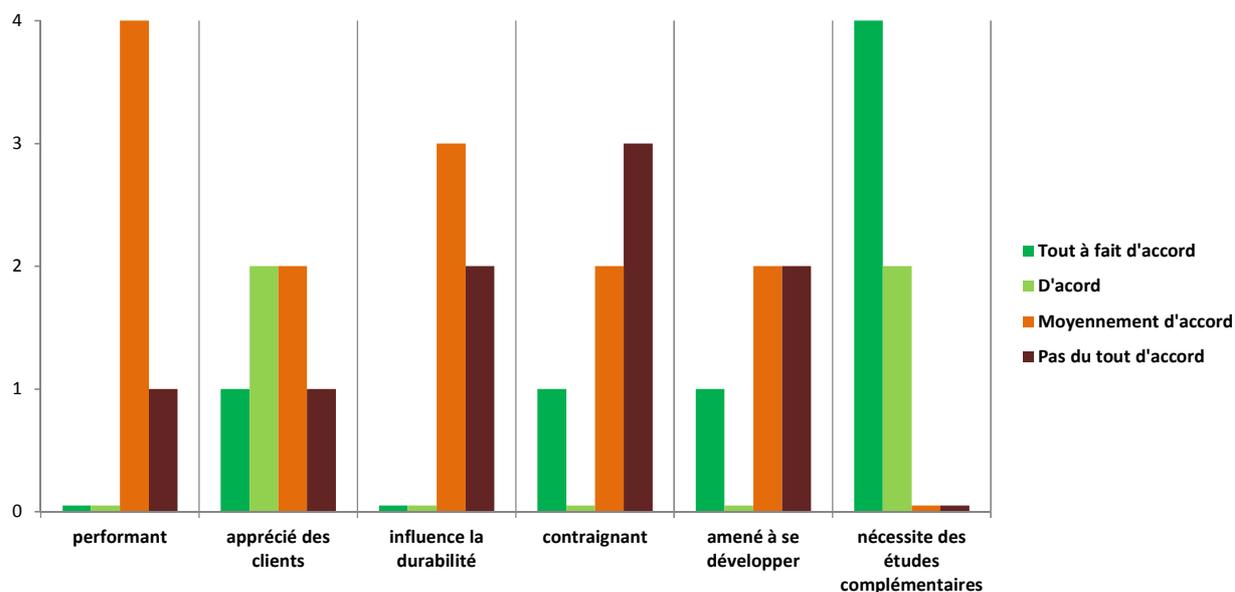


Figure 2 : Raisons de la pratique du lessivage

Les raisons de la non-pratique du lessivage sont synthétisées dans la Figure 3. Cette figure montre que le lessivage n'est pas pratiqué du fait d'une méconnaissance de cette pratique.

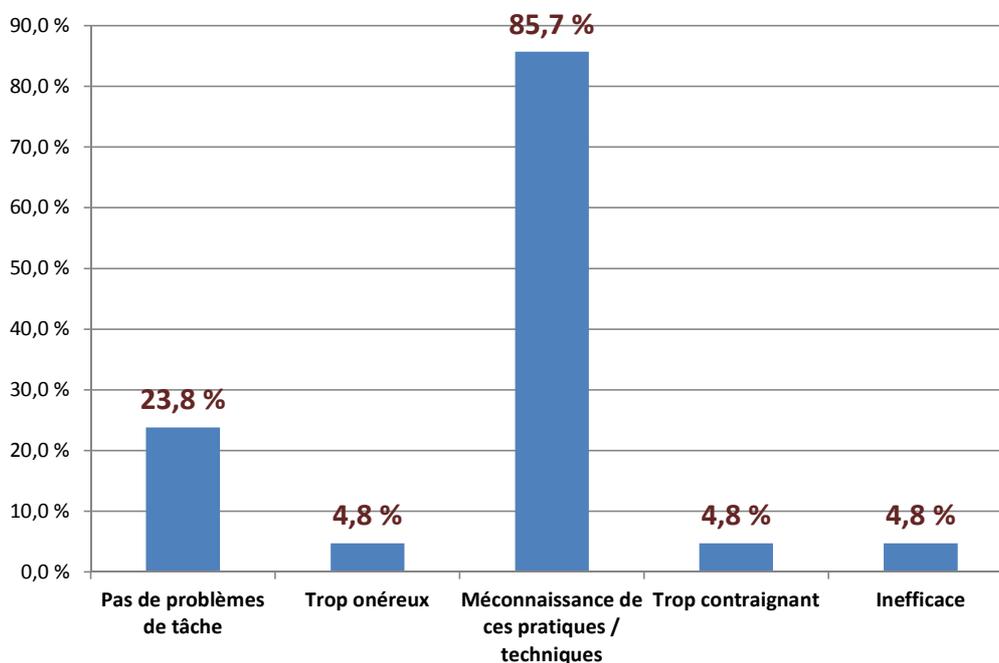


Figure 3 : Raisons de la non pratique du lessivage

Parmi les entreprises ayant répondu, aucune n'utilisait de bloqueurs de tannins. Les raisons évoquées étaient les suivantes :

- Méconnaissance des produits et techniques pour 72% des entreprises
- Pas de problèmes de tâches pour 28% des entreprises
- Les items « trop onéreux », « trop contraignant » et « inefficace » du questionnaire n'ont pas été cités.

En résumé,

80% des répondants ont souhaité que l'étude FCBA caractérise la durabilité des sciages ayant subi un lessivage ;

92% des répondants ont souhaité que l'étude FCBA caractérise l'efficacité des bloqueurs de tannins présents sur le marché

Le cahier des charges de l'étude a donc été revu pour inclure ces deux souhaits.

2.2 Synthèse de l'étude bibliographique

2.2.1 Définition des tannins

Les tannins (ou tanins) sont des substances d'origine végétale dont le poids moléculaire peut varier de 500 à 20 000. De composition variable et complexe, ils ne sont pas toujours précisément définis chimiquement. La complexité et la diversité des structures de tannins ainsi que la présence de mélanges de composés phénoliques compliquent l'étude des tannins. Les tannins sont solubles dans l'eau à l'exception des composés de poids moléculaires élevés. Leur propriété la plus connue est celle de tanner la peau c'est-à-dire de la rendre imputrescible grâce à leur propriété de fixation privilégiée sur les protéines.

2.2.2 Structure des tannins

Leur structure chimique est très variable, mais comporte toujours une partie polyphénolique. D'une manière générale, on a coutume de diviser les tannins en deux groupes principaux :

- les tannins hydrolysables
- les tannins condensés.

Il existe cependant des tannins qui sont composés à la fois de tannins condensés et de tannins hydrolysables (Makkar H.P.S., 2003).

Les tannins hydrolysables donnent après hydrolyse soit de l'acide gallique soit de l'acide ellagique (Figure 5). On parle alors respectivement de gallotannins et d'ellagitannins.

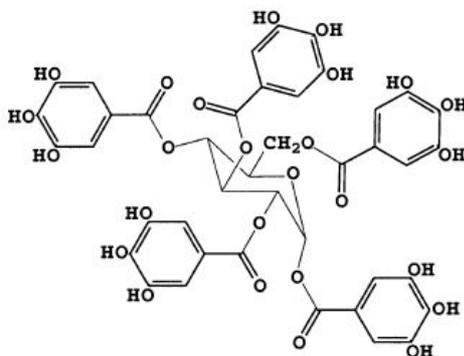
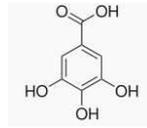
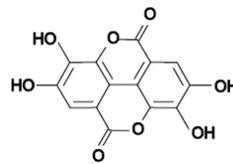


Figure 4 : Exemple de tannin hydrolysable (Hernes P.J., Hedges J.I., 2004)



Acide gallique



Acide ellagique

Figure 5 : Structure de l'acide gallique et ellagique

Les tannins hydrolysables sont trouvés principalement dans les duramens des feuillus de la famille des Fagacées (hêtre, chêne, châtaignier) et des Myrtacées (eucalyptus).

Les tannins condensés ou tannins catéchiques sont des polymères de flavanols (ou catéchines) qui sont une sous-famille des flavonoïdes (Barbat A., 2009 ; Rahim A. and Kassim J., 2008). Ils sont constitués d'unités de flavan-3-ols (Figure 6) liées entre elles par des liaisons carbone-carbone de type C4→C8 ou C4→C6.

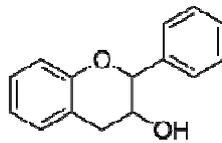


Figure 6 : Structure d'une unité de flavan-3-ol

La Figure 7 ci-dessous illustre la complexité de la structure des tannins condensés.

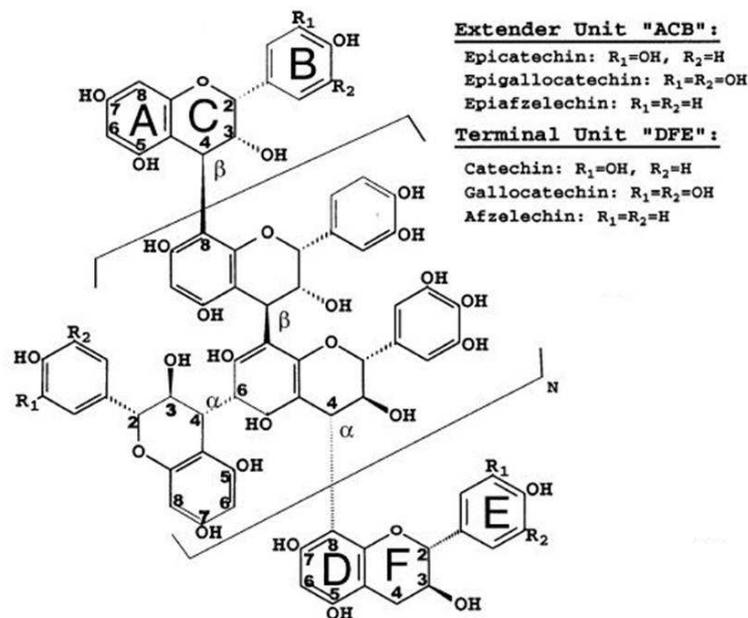


Figure 7 : Structure chimique de tannin condensé (Hernes P.J., Hedges J.I., 2004)

2.2.3 Localisation des tannins dans les plantes et le bois

D'une manière générale les tannins sont présents dans les différentes parties des plantes. On les trouve dans les bourgeons où ils ont certainement un rôle de protection au gel. Dans les feuilles, ils sont essentiellement présents dans l'épiderme supérieur, sauf pour les plantes à feuilles persistantes où ils sont répartis plus uniformément. Dans les feuilles, ils servent à réduire l'appétence et protègent ainsi la plante des prédateurs.

Les tannins sont également présents dans les racines où ils agissent contre les attaques des agents pathogènes. Dans les graines, ils assurent également une protection bactéricide. Dans les tissus de la tige ils participent à la régulation de la croissance.

Dans les tissus du bois ils contribuent à la durabilité naturelle en inhibant l'activité microbienne.

Dans le bois, ils représentent en moyenne 2 à 5 % de la masse du bois.

Selon Scalbert *et al.*, la proportion de tannins dans le bois de chêne (*Quercus robur*, *Quercus petraea*) et le châtaignier (*Castanea sativa*), qui sont parmi les feuillus européens les plus durables, est évaluée à environ 10% de la masse sèche (Scalbert A. *et al.*, 1989).

Chez les arbres, les tannins sont présents essentiellement dans le duramen, les écorces, les feuilles.

2.2.4 Influence des conditions de croissance des plantes sur la production de tannins

En général, les tannins sont plus abondants dans les parties de la plante qui sont les plus attractives pour les prédateurs (insectes, herbivores, etc).

Plusieurs études illustrent les effets de facteurs environnementaux, saisonniers et externes sur la production de tannins par les plantes. Pour résumer, de hautes températures, un stress hydrique, de fortes lumières, et des sols pauvres augmentent le taux de tannins des plantes.

Selon Iason *et al.* la variation saisonnière est due à une demande différente d'éléments nutritifs. Durant leur période de croissance, lorsque les plantes produisent beaucoup de biomasse, peu de ressource est disponible pour synthétiser des composés phénoliques. Cependant durant la période de floraison, lorsque la croissance est réduite, un excès de carbone peut être disponible pour la synthèse de tannins.

Récemment, des chercheurs ont étudié l'impact du réchauffement climatique et de la sécheresse sur les changements de composition structurale et de réactivité des tannins produits par les feuilles de l'érable rouge (*Acer rubrum*) (Tharayil N. *et al.*, 2011). Ils montrent que des conditions climatiques plus chaudes et plus sèches conduisent à de plus fortes concentrations de substances protectrices y compris les flavonoïdes. Chaleur et sécheresse combinées conduisent à doubler la concentration en tannins. Les chercheurs concluent que dans un contexte de réchauffement climatique, les tannins, en immobilisant les enzymes microbiennes, pourraient ralentir la décomposition des feuilles et donc influencer sur le cycle du carbone et des éléments nutritifs.

Une étude finlandaise montre que la production de tannins chez le bouleau est augmentée par le rayonnement UV. Ni la croissance des plants, ni la composition des métabolites secondaires n'a été affectée, mais la quantité de métabolites présents a été augmentée. Les chercheurs concluent que cette augmentation de production de flavonoïdes et tannins condensés permet à l'arbre de s'adapter à son milieu (Lavola A., 1998).

2.2.5 Propriétés des tannins

Les tannins sont capables de former des complexes avec les macromolécules et particulièrement avec les protéines. La combinaison avec le collagène de la peau est à l'origine du tannage, celle avec les glycoprotéines de la salive est à l'origine de la sensation d'astringence. Le collage des vins rouges trop tanniques s'effectue en rajoutant du blanc d'œuf qui en flocculant entraîne les particules qui troublent le vin.

Les tannins contribuent à la durabilité du bois, à sa couleur, à son odeur (Scalbert A. *et al.*, 1988 ; Hon D.N.S., 1991).

L'effet inhibiteur des tannins sur les enzymes et sur la culture de nombreux champignons est bien documenté (Loomis W.D. and Bataille J., 1966 ; Hart J. and Willis W.E., 1972). L'étude de la durabilité naturelle de chêne français (*Quercus petraea* et *Quercus robur*) vis-à-vis de la pourriture blanche *Coriolus versicolor* a montré une importante variabilité selon les arbres d'une

même essence, mais aussi une variabilité entre essence, le chêne pédonculé (*Quercus robur*) ayant une meilleure durabilité (Ayadi N. *et al.*, 2001).

En particulier les chercheurs pensent que les tannins peuvent inhiber certaines protéines fongiques grâce à leur capacité à fixer les protéines (Hart J. and Willis W.E., 1972).

Les tannins sont solubles dans l'eau sous forme de solutions colloïdales mais leur solubilité diminue lorsque le degré de polymérisation augmente.

Les bois durables desquels on a retiré les substances extractibles deviennent sensibles à la dégradation (Smith A.L. *et al.*, 1989).

Des chercheurs slovènes ont montré récemment que le châtaignier (*Castanea sativa*) exposé aux intempéries sur une période de 30 mois (juillet 2010 à janvier 2013) présentait une perte de masse allant jusqu'à 5% qu'ils attribuent à la perte d'extractibles comme le montre la Figure 8.

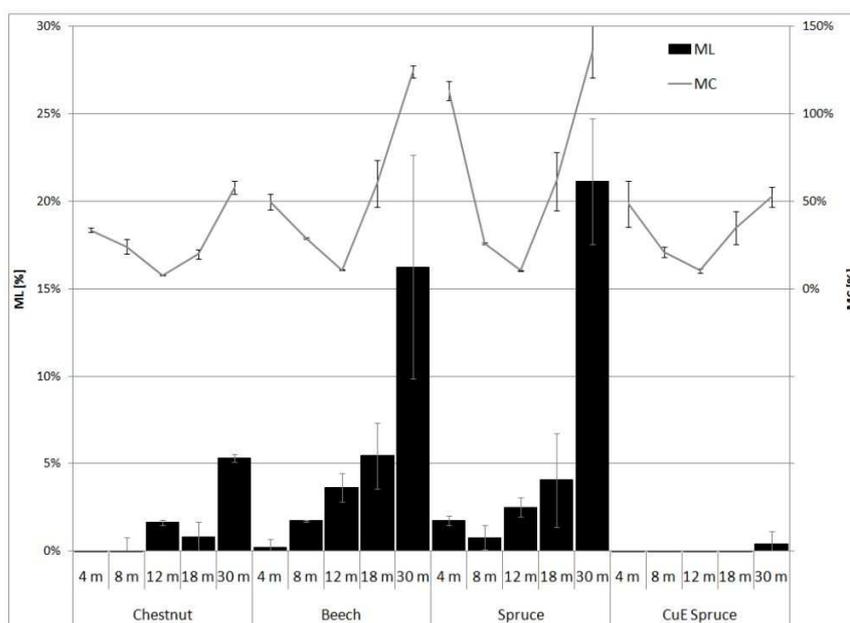


Figure 8 : Taux d'humidité (MC) et perte de masse (ML) d'échantillons de bois (25x50x500mm) après des temps d'exposition de 4 à 30 mois en classe d'emploi 3 (Chestnut= châtaignier ; Beech= hêtre ; Spruce = épicéa, CuE Spruce = épicéa traité)

La résistance à la dégradation fongique du bois de cœur de sequoia par *Poria monticola* a été fortement réduite lorsque le bois était extrait à l'eau chaude (Anderson A.B., 1961). Le bois de cœur du chêne blanc a été classé résistant à la dégradation fongique (Scheffer T.C. and Cowling E.B., 1966). Les substances extraites à l'eau chaudes ont montré une forte toxicité sur *Lenzites trabea* en culture gélosée.

Les tannins peuvent causer de problèmes de croissance et présenter de la toxicité pour le bétail, les rats, les lapins, les poussins (Joslyn M.A. and Glick Z., 1969 ; Makkar H.P.S., 2003). L'empoisonnement par consommation de feuilles de chêne a été attribué à la présence de tannins hydrolysables et plus particulièrement aux gallotannins (Garg S.K. *et al.*, 1992).

Chêne et châtaignier sont des essences acides. En condition humide, il se produit une corrosion des substances métalliques. Les particules de fer libérées vont réagir avec les tannins car ceux-ci ont la propriété de réagir avec les métaux selon le principe montré sur la Figure 9 (Bétrémieux I., 2002).

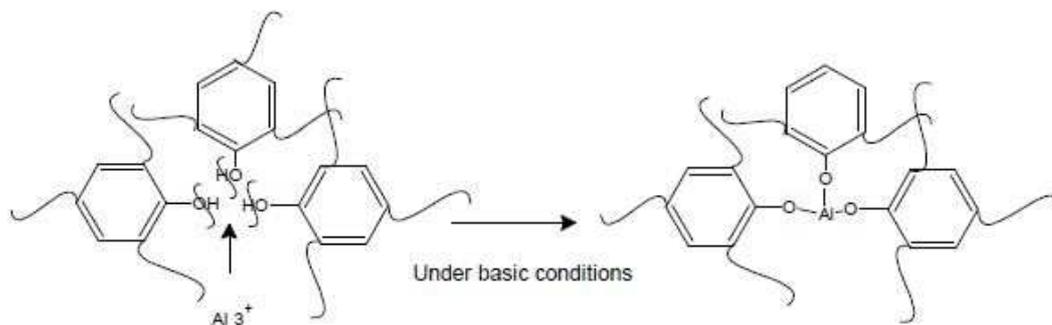


Figure 9 : Principe de chélation des métaux par les tannins

Il va se former des tannates de fer, insoluble et de couleur noirâtre à proximité des fixations métalliques non protégées.

Des chercheurs canadiens se sont intéressés aux problèmes de perte de durabilité du red cedar du fait de la perte d'extractibles. Ils ont réduit la mobilité des extraits en les fixant via différentes agents de fixation.

Il y a cependant des divergences d'opinion quant au phénomène de chélation des métaux par les tannins : on ne sait pas si elle augmente ou diminue la corrosion.

Les études qui s'intéressent à la corrosion des métaux dans le bois indique que les tannins augmentent la corrosion, alors que les études sur la corrosion dans l'industrie du papier et pâte à papier précisent que les tannins sont des inhibiteurs de corrosion (Zelinka S.L. and Stone D.S., 2011).

Les tannins jouent le rôle d'absorbants UV (et donc d'agents de protection du bois) et peuvent subir des réactions de polymérisation produisant des composés insolubles.

2.2.6 La migration des tannins à la surface des bois

La migration résulte d'interactions avec l'eau, en particulier lors de fortes humidifications lorsque l'eau, sous forme liquide mais aussi vapeur, transporte les substances extractibles vers la surface (Burke E. and Slavik N., 2010).

Les extractibles peuvent aussi migrer à travers une finition et la tacher, comme le montre la Figure 10.



Figure 10 : Migration de tannins à travers une peinture blanche (à gauche) et une lasure (à droite), photos FCBA

Les auteurs préconisent comme solutions de sécher le bois, d'utiliser une finition avec bloqueur de tannins, sans oublier de revêtir le dos du bois avec un produit hydrophobe ou un primaire (Burke E. and Slavik N., 2010).

Il est généralement constaté que protéger le bois avec un primaire en phase solvant est plus efficace qu'avec un primaire en phase aqueuse du fait que les produits en phase solvant constituent une barrière plus hydrophobe (Kimerling A.S and Bhatia S.R., 2004). Cependant il est possible de bloquer les tannins via des produits en phase aqueuse en utilisant un primaire qui inclut :

- des pigments actifs ou des agents bloquants tels que des composés de zinc, aluminium ou titane
- des fonctionnalités telles que uréthane ou des groupes alkydes urée
- des blocs copolymères amphiphiles.

Les produits en phase aqueuse seront d'autant plus efficaces vis-à-vis des exsudations de tannins qu'ils seront formulés pour sécher rapidement, qu'ils contiennent un taux de matière sèche important, qu'ils sont un minimum de co-solvants.

Les primaires avec un pH neutre ont une meilleure chance de prévenir les problèmes de tannins car un pH basique est nécessaire aux tannins pour former des produits solubles.

2.2.7 Les tannins utilisés comme biocides

Du fait de leur activité sur les microorganismes, les tannins ont fait l'objet de diverses études s'attachant à les employer comme produits de traitement du bois (Singh T. and Singh A.P., 2012 ; Dirol D. and Scalbert A., 1991 ; Sen S. *et al.*, 2008).

L'inconvénient majeur avec les tannins et dérivés de tannins est qu'il est difficile de les fixer au bois après traitement (Militz H. and Homan W.J., 1993).

Des études ont été menées pour améliorer leur rétention via l'utilisation de chlorure de fer, et de sels métalliques (Yamagichi H., 2001).

Les composés phénoliques sont connus pour être des agents antimicrobiens. Il semble que l'activité biologique soit liée au(x) site(s) et nombre de groupes hydroxyles sur le phénol ainsi qu'à un certain poids moléculaire (Rudman P., 1962). Des études ont montré qu'augmenter l'hydroxylation conduisait à une augmentation de l'activité biologique.

Des auteurs suggèrent que les phénols oxydés sont de puissants inhibiteurs permettant d'inactiver les enzymes, ce qui constituerait leur mécanisme d'action.

3. ESSAI D'ORIENTATION POUR LA MISE AU POINT D'UNE METHODE D'EXSUDATION DES TANNINS

Différentes méthodes ont été testées sur chêne et châtaignier, revêtu ou non, afin de tester leur potentiel pour le relargage des tannins que ces essences contiennent.

3.1 Exsudation à l'aide de la blister box

Des tests ont été effectués à l'aide de la blister box. Ce dispositif est habituellement utilisé pour tester la résistance au cloquage des finitions pour bois. Son principe repose sur la migration de vapeur d'eau chaude à travers le bois (Figure 11). Le bois, revêtu ou non, est placé en haut de la blister box, il se trouve au-dessus d'un volume d'eau qui peut être chauffé. La blister box est fermée hermétiquement afin que la vapeur d'eau ne puisse migrer qu'à travers le bois. Cet essai, conçu pour déterminer la résistance au cloquage de finitions, donne également une information sur leur perméabilité à la vapeur d'eau. En effet, si une finition est perméable à la vapeur d'eau celle-ci passera à travers le revêtement. Si cela n'est pas le cas, la vapeur d'eau sera bloquée à l'interface entre le bois et la finition et fera cloquer le revêtement (Figure 11). L'idée était ici d'étudier si cette méthode pouvait permettre de faire migrer les tannins du chêne ou du châtaignier dans la mesure où ces migrations sont provoquées par des transferts hydriques.

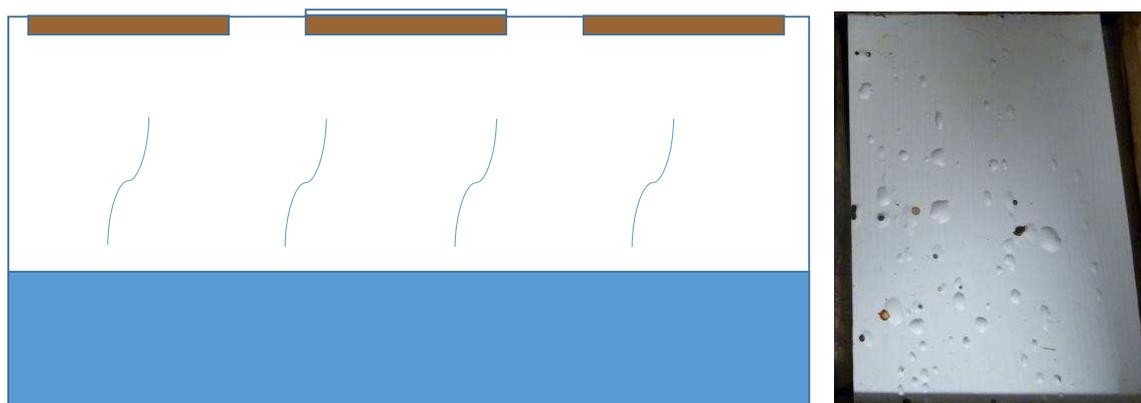


Figure 11 : schéma de principe de la blister box (à gauche), et exemple d'une finition présentant du cloquage après essai à la blister box (à droite)

Différentes conditions ont été testées (température du bain marie, temps d'exposition, bois de bout colmatés de diverses façons...) :

-Un chauffage à 60 °C pendant 7 h a été effectué, la température a ensuite été augmentée à 90°C pendant 6 h.

Les conditions ont ensuite été durcies :

- Un chauffage à 60 °C pendant 6 h a été effectué, la température a ensuite été augmentée à 70 °C pendant 42 h puis à 90°C pendant 7 h.

Ces premiers tests ont montré qu'il est possible de faire migrer les tannins en utilisant la blister box mais cette migration est uniquement visible au niveau des bois de bout (dans les configurations d'usinage étudiées). Les tannins observés semblaient être « caramélisés ». Ils migraient le long des rayons ligneux sans pouvoir les traverser. La migration était d'ailleurs meilleure lorsque la découpe de bois a été réalisée sur dosse plutôt que sur faux quartier (Figure 12). En effet dans le cas d'un bois découpé sur dosse, les rayons ligneux sont dans le prolongement du flux de vapeur et, comme observé sur la photo, le front de migration est plus

haut pour la découpe sur dosse que pour une découpe sur faux quartier où les tannins doivent migrer de façon « transverse ».



Figure 12 : Migration des tannins au niveau des bois de bout après passage à la blister box sur chêne découpé sur dosse (en haut) et sur faux quartier (en bas)

En surface du bois, cependant, aucune tache de tannins n'a été observée. La chaleur/pouvoir calorifique apportée par la vapeur d'eau du bain marie ne devait probablement pas être suffisante pour les faire migrer complètement à travers l'épaisseur du bois et les faire ressortir sur la surface.

Les bois de bout ont ensuite été colmatés à l'aide d'aluminium, de cire ou de peinture antirouille (de très grande imperméabilité à l'eau) afin d'essayer de favoriser la migration des tannins à travers l'intégralité des éprouvettes et non seulement sur les bois de bout/extrémités.

- Un chauffage à 70 °C pendant 24 h a été effectué, la température a ensuite été augmentée à 80 °C pendant 7 h.

Cette modification du protocole n'a pas entraîné une meilleure migration des tannins à travers le bois.

Afin d'essayer d'augmenter le pouvoir drainant de la vapeur d'eau et de pré-solubiliser les tannins, des éprouvettes, dont les bois de bout ont été colmatés, ont été pré-immersées dans l'eau pendant 60 h.

- Un chauffage à 70° C pendant 24 h a été effectué, la température a ensuite été augmentée à 80 °C pendant 24 h puis 90 °C les 24 h suivantes.

L'ajout de cette pré-étape n'a pas permis d'améliorer la migration des tannins.

Des essais avec trois revêtements blancs différents ont ensuite été effectués avec ou sans pré-étape d'immersion (Figure 13). Deux configurations ont été testées. Les éprouvettes ont été, soit entièrement revêtues, soit une face a été laissée nue.

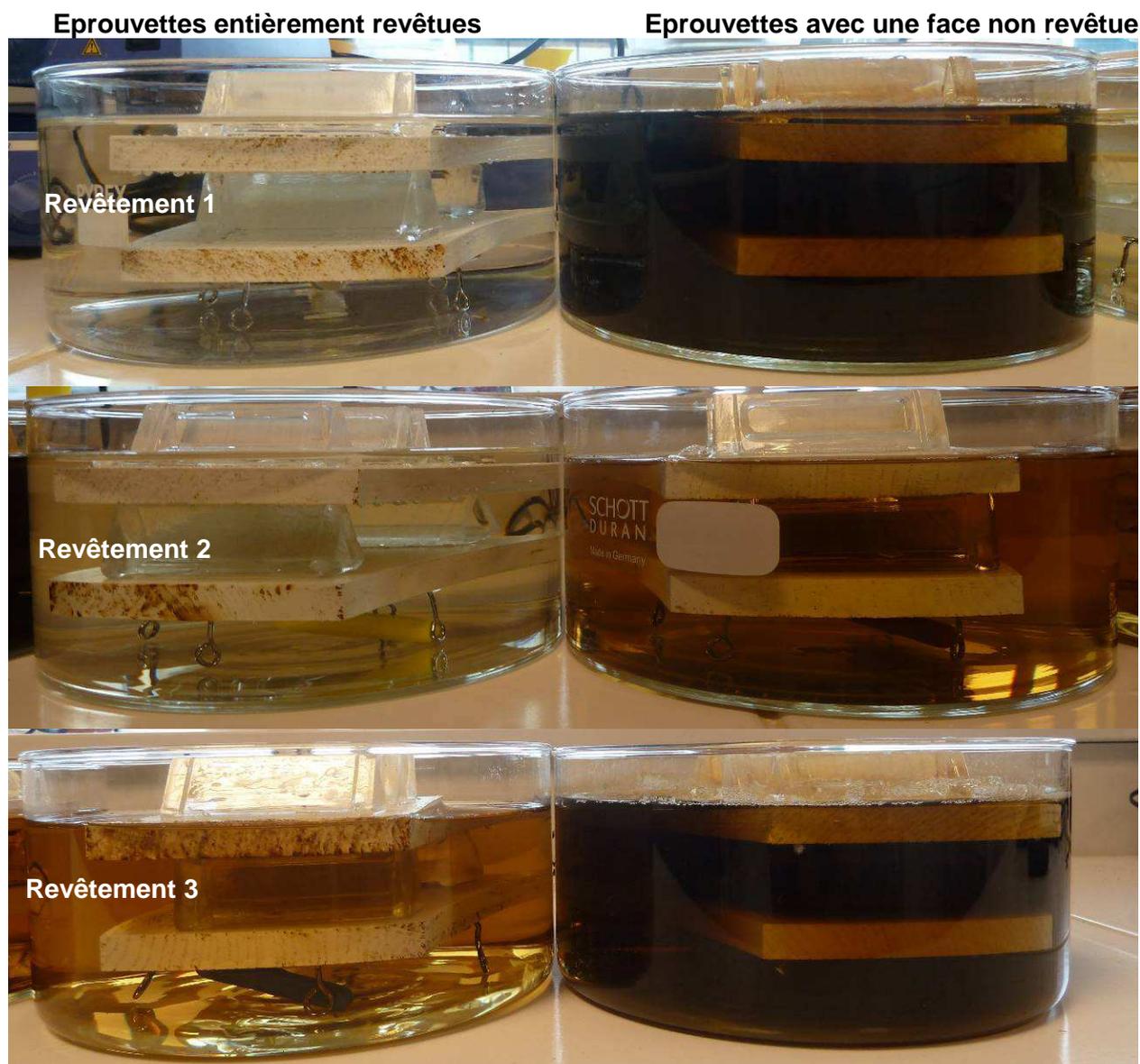


Figure 13 : Surnageants des éprouvettes de chêne revêtues après immersion 60 h

Cette pré-étape d'immersion a permis de fournir des informations sur la qualité des revêtements. Pour les configurations avec toutes les faces revêtues, les couleurs des jus obtenus étaient différentes pour les trois revêtements. Pour le revêtement 1, le surnageant était translucide, pour le 2 il était légèrement jaunâtre tandis que celui obtenu avec le troisième revêtement était beaucoup plus foncé. La couleur obtenue était à priori proportionnelle à la quantité de tannins relargués. Le revêtement 3 serait ainsi moins efficace que le 2 et le 1 en termes de blocage des tannins.

Dans le cas où une face n'était pas revêtue, les jus obtenus étaient beaucoup plus foncés. La quantité de tannins relargués semblait être encore accrue.

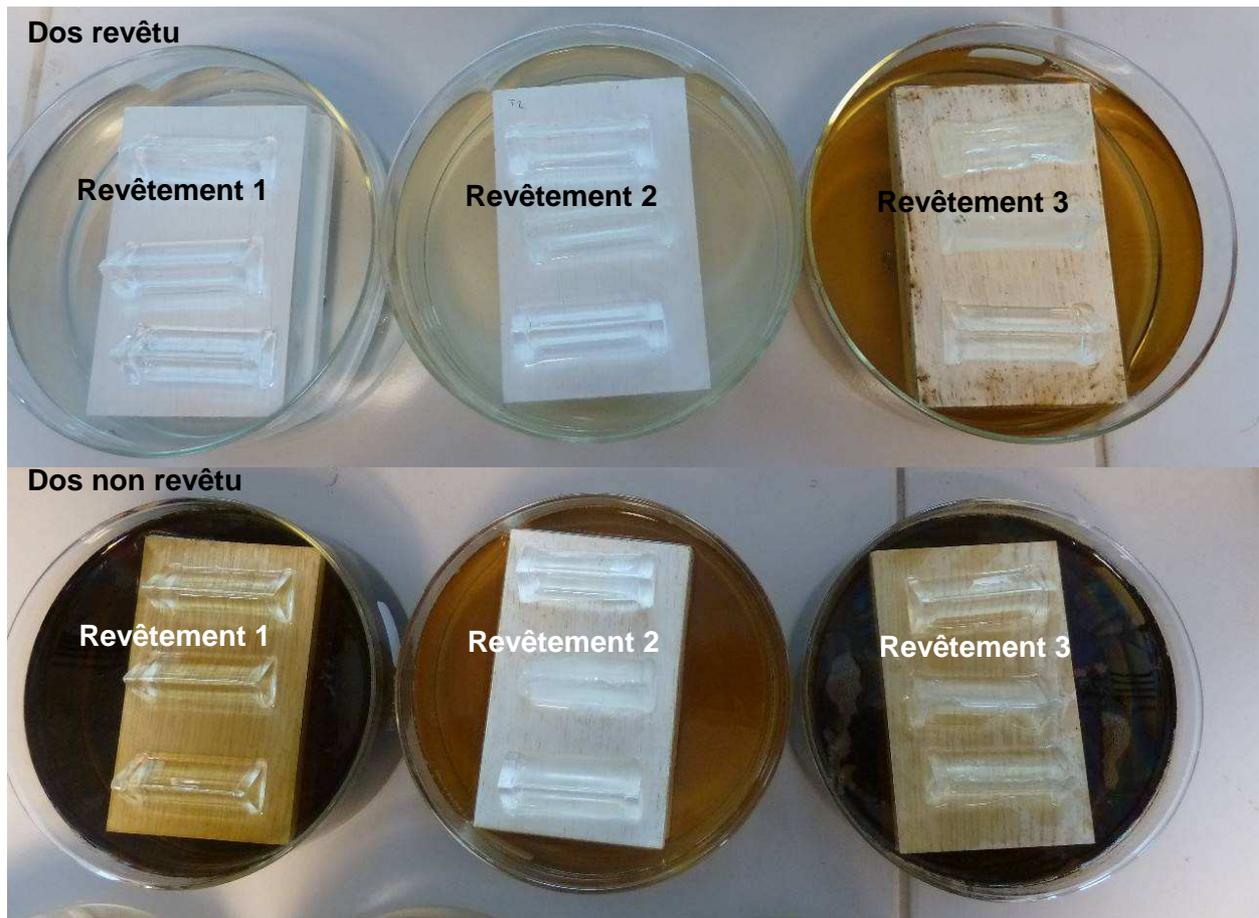


Figure 14 : Eprouvettes de chêne revêtues après immersion 60 h

Le test d'immersion apparaît également intéressant car il donne une information sur l'état du revêtement après cette immersion. L'apparition de taches se faisait principalement sur les bois de bouts et sur les faces. Le revêtement 3 apparaissait beaucoup plus tacheté en surface que les 2 autres (Figure 14). Dans le cas où toutes les faces étaient revêtues, les taches provenaient du relargage de tannins venant de l'intérieur des échantillons et ayant traversé la finition. Dans le cas où une face n'était pas revêtue, les taches semblaient provenir des tannins qui ont été relargués dans l'eau, du côté de la face nue, et qui se sont ensuite redéposés sur la surface supérieure. Le revêtement 1 semblait en effet performant contre le relargage des tannins, il était cependant tacheté lorsqu'une des faces de l'échantillon de bois n'était pas revêtue.

Après cette pré-immersion, ces échantillons ont été placés dans la blister box :

- Un chauffage à 70 °C pendant 24 h a été effectué, la température a ensuite été augmentée à 80 °C pendant 24 h puis 90 °C les 24 h suivantes.

En fonction des configurations, les échantillons étaient tachetés avant d'être passés à la blister box. Après l'essai, les taches initiales étaient toujours présentes et mais aucune nouvelle zone tachée n'est apparue.

En conclusion, la méthode de la blister box n'apparaît pas adaptée, au moins dans le cas des configurations testées pour obtenir une migration des tannins.

Ces premiers essais ont cependant permis de mettre en évidence que la méthode d'immersion de bois, entièrement revêtus ou non, permettait d'obtenir des informations sur la quantité de tannins relargués et sur la dégradation esthétique des échantillons.

Cependant dans le cas d'un bois non revêtu, le surnageant récolté est foncé mais aucune tache n'est visible sur le bois.

3.2 Exsudation par immersion partielle

Le simple fait de tremper, de manière incomplète, des échantillons de chêne et châtaignier brut ou de déposer de l'eau à leur surface permet de les tacher. La démarcation entre la zone mouillée et non mouillée (délimitée par un dépôt de tannins) est alors clairement visible. Avec de la soude ce phénomène est encore accentué (Figure 15).



Figure 15 : Epreuves de chênes tachées par dépôt de goutte d'eau en surface (à gauche) et par immersion partielle dans de la soude (à droite)

Ce test pourrait être utilisé dans la suite de l'étude pour tacher des épreuves de bois brut et tester différents nettoyants.

3.3 Exsudation par méthode de condensation

Toujours selon le principe d'exposer les épreuves, revêtues ou non, au contact de la vapeur d'eau, nous avons placé des épreuves au QUV, réglé en mode condensation. Le QUV est un appareil de vieillissement artificiel utilisé pour reproduire en laboratoire diverses sollicitations auxquelles les finitions sont habituellement exposées en extérieur (rayonnements UV, pulvérisation d'eau, condensation d'eau, températures). La norme NF EN 927-6 décrit le cycle de vieillissement artificiel préconisé pour les finitions extérieures pour bois. Le cycle débute par une étape de condensation de 24 h à une température de 45 °C. La durée de cette étape a été ici augmentée à 72 h et des relevés intermédiaires ont été effectués après 24 h et 48 h.

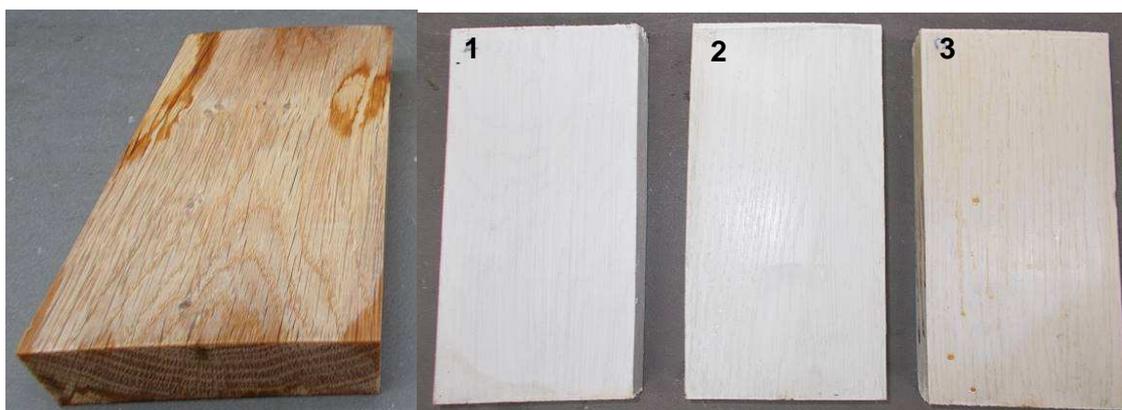


Figure 16 : Eprouvettes de bois brut et revêtues après 48 h de condensation au QUV

Dès 24 h des gouttes marron sont observées sur l'éprouvette avec le revêtement 3. Les éprouvettes étant placées à la verticale dans l'appareil, les gouttes ruissèlent et ne sont pas toujours visibles. C'est d'ailleurs le cas lors du cycle complet de NF EN 927-6 où le tachage de finitions et le relargage de tannins n'est pas toujours visible car l'étape de pulvérisation peut les lessiver.

En conclusion, cette méthode de condensation apparaît donc très intéressante, à conditions de faire des relevés intermédiaires. Il est également constaté que la couleur générale de l'éprouvette est modifiée dans le cas d'une mauvaise finition.

3.4 Exsudation selon la norme expérimentale CEN/TS 16498

La norme expérimentale XP CEN TS 16498 décrit une méthode pour évaluer la résistance des finitions aux taches provoquées par les tannins du bois. Le principe de cette norme expérimentale est tout d'abord d'effectuer une extraction à l'eau chaude du merbau, bois réputé contenir une proportion de tannins très importante. La fraction d'extractibles récoltée est alors appliquée sur des échantillons de hêtre. Ce dernier est ensuite revêtu de la finition à tester. Les éprouvettes vont ensuite subir une exposition climatique cyclique composée de 8 cycles de 24 h à 60 °C et 100 % d'humidité relative et de 24 h à 23 °C et 50% d'humidité relative. Durant les week-ends les éprouvettes sont conditionnées à 23 °C et 50% d'humidité relative.

Dans la norme expérimentale XP CEN TS 16498, la performance de la finition est évaluée sur la base de mesure d'écart total de couleur. La couleur initiale du bois revêtu est comparée à la couleur obtenue lorsque le revêtement est appliqué sur une carte de contraste noir et blanc. Cette différence permet de mettre en évidence une possible migration des tannins due à l'application de la finition. Après vieillissement climatique la couleur est comparée à celle non vieillie. Cette différence permet de mettre en évidence une possible migration des tannins en situation de mise en service.

Dans un souci de simplification et pour mieux s'approcher des conditions réelles en service, nous n'avons pas effectué l'application d'extraits de merbau sur du hêtre, mais avons directement appliqué le revêtement à étudier sur du chêne. Seul le revêtement 1 a été testé. Des éprouvettes brutes ont également été soumises à l'exposition climatique cyclique. Pour ces deux cas de figure, le cycle de vieillissement proposé par la norme expérimentale XP CEN TS 16498 ne nous est pas apparu assez sévère, au contraire des autres méthodes décrites précédemment. En effet aucune tache ou modification de couleur n'est apparu en surface des éprouvettes. Il est également à noter que le revêtement 1 présentait de bonnes performances pour le blocage de tannins. Dans le cas d'une application de tannins de merbau sur du hêtre, ces derniers se trouvent directement en surface, ce qui peut faciliter leur migration à travers le revêtement.

Dans le cas que nous avons testé, les tannins sont dans la masse du bois, et pas uniquement en surface. Il faut donc que l'ambiance proposée soit assez sévère pour les faire migrer en surface ce qui n'a pas été le cas dans les conditions testées.

3.5 Conclusion

Parmi les différentes méthodes testées, la blister box n'a pas donné satisfaction car elle ne permet pas d'exsuder les tannins. La méthode expérimentale XP CEN TS 16498 nous apparaît trop chronophage et éloignée d'une situation en service.

La méthode de condensation semble intéressante, rapide, et relativement facile à mettre en œuvre.

La méthode par immersion apparaît complémentaire et permet de donner des informations sur la présence d'extraits colorés relargués dans les jus et sur l'aspect de la finition après essai. Cette méthode, plus sévère que les essais de perméabilité à l'eau NF EN 927-5 qui se font par flottation et non par immersion complète, permet de compléter la qualification des bloqueurs.

4. QUALIFICATIONS DE BLOQUEURS DE TANNINS VIS-A-VIS DES REMONTEES DE TANNINS

4.1 Matériels et méthodes

Du duramen de chêne et de châtaignier, découpé sur faux quartier a été sélectionné, exempt de nœuds et de fentes/craquelures.

Le chêne a été approvisionné auprès de la scierie Genet (70). Le châtaignier provenait de la région Rhône-Alpes via l'étude de caractérisation du châtaignier français mené par FCBA.

La dimension des éprouvettes testées est de 150 mm x 70 mm x 20 mm pour les mesures de perméabilité à l'eau et les tests de condensation, et de 110 mm x 40 mm x 10 mm pour les tests d'immersion. Tous les échantillons ont été conditionnés à (20 ± 2) °C et $(65 \pm 5)\%$ d'humidité relative jusqu'à atteindre une masse constante avant d'être revêtu des bloqueurs à tester.

Dix revêtements, en phase aqueuse, ont été évalués cette étude et sont détaillés dans le Tableau 1. La revendication en tant que "bloqueur de tannins" est annoncé par les différents fabricants : les produits sont tous préconisés pour une utilisation sur bois tanniques. L'extrait sec a été mesuré selon la norme ISO 3251 et est reporté dans le Tableau 1 tout comme le grammage appliqué.

Les revêtements ont été appliqués à la brosse en 1 ou 2 couches selon les recommandations des fiches techniques des fabricants.

Après application les éprouvettes ont été conditionnées à (20 ± 2) °C et $(65 \pm 5)\%$ d'humidité relative pendant 2 semaines avant que les différents essais ne soit réalisés.

Tableau 1 : Informations techniques relatives aux différents revêtements

Anti-tannin	Extrait sec (%)	Grammage humide (g/m ²)	Nombre de couches	Type	Aspect	Epaisseur sèche (µm)
A	24	128	1	Primaire	Transparent	23
B	61	154	1	Primaire	Blanc	48
C	57	220	2	Top coat	Blanc	81
D	47	194	2	Primaire	Blanc	58
E	13	172	2	Primaire	Transparent	13
F	40	208	2	Primaire	Blanc	66
G	53	132	1	Primaire	Blanc	47
H	56	117	1	Primaire	Blanc	44
I	61	258	2	Primaire	Blanc	80
J	24	200	2	Minéralisant	Transparent	ND

4.1.1 Détermination de la perméabilité liquide

La perméabilité à l'eau liquide a été déterminée selon la norme NF EN 927-5 avec quelques modifications. Cette perméabilité a été mesurée sur des échantillons de chêne, revêtus ou non. Après application du revêtement sur la face d'essai, les autres faces, dont les bois de bout, ont été colmatées à l'aide d'une peinture imperméable dont les performances répondent aux exigences de la norme NF EN 927-5. Avant l'essai, les éprouvettes ont été conditionnées jusqu'à masse constante à (20 ± 2) °C et (65 ± 5)% d'humidité relative.

La masse initiale de l'échantillon (m0) a été mesurée avant de mettre la surface d'essai au contact de l'eau déminéralisé à (20 ± 2) °C. Après 72 h, les échantillons sont retirés de l'eau, légèrement épongés pour enlever l'excédent d'eau et à nouveau pesés (m1). L'absorption d'eau (en g/m²) est exprimée selon la formule (Eq. 1):

$$\text{absorption d'eau} = \frac{m1 - m0}{\text{surface revêtue}} \quad (1)$$

Quatre répétitions de chaque configuration ont été utilisées pour déterminer l'absorption d'eau liquide.

Les absorptions d'eau des surfaces brutes et revêtues permettent de calculer l'efficacité hydrofuge (Water Protection Efficiency ou WPE) des bloqueurs, comme suit :

$$WPE = 100 \times \frac{WA_{brut} - WA_{revêtu}}{WA_{brut}}$$

où : WA_{brut} = absorption d'eau du bois non revêtu

$WA_{revêtu}$ = absorption d'eau du bois revêtu de bloqueur

Différentes classes de perméabilité ont été définies par les experts de FCBA comme suit :

classe 1 : $0 \% \leq WPE < 30 \%$

classe 2 : $30 \% \leq WPE < 50 \%$

classe 3 : $50 \% \leq WPE < 70 \%$

classe 4 : $70 \% \leq WPE < 90 \%$

classe 5 : $90 \% \leq WPE$

4.1.2 Test d'immersion

Après avoir été pesés, les échantillons de chêne revêtus ou non, sont complètement immergés dans 1 L d'eau déminéralisée à (25 ± 2) °C pendant 72 h. La solution est agitée à 330 rpm. Après 72 h, les échantillons sont retirés de l'eau, légèrement épongés pour enlever l'excédent d'eau et à nouveau pesés (m_1). Le pH de la solution a également été mesuré. Les jus résultant sont ensuite conservés congelés avant éventuelle caractérisation. L'absorption d'eau (en kg/m^3) est exprimée en utilisant la formule (Eq. 2):

$$\text{absorption d'eau} = \frac{m_1 - m_0}{\text{volume échantillon}} \quad (2)$$

Trois répétitions de chaque configuration ont été utilisées pour déterminer l'absorption d'eau liquide.

4.1.3 Test de condensation

Les éprouvettes revêtues sont placées dans l'enceinte QUV, en mode condensation à 45 °C pendant 48 h. Des relevés sont effectués après 24 h et 48 h.

4.1.4 Mesure d'épaisseur

Pour déterminer l'épaisseur de revêtement, un échantillon revêtu est coupé dans le sens transversal et la surface est rafraîchie à l'aide d'une lame de rasoir. L'épaisseur est mesurée

(10 mesures par bloqueur) le long de cette section à l'aide d'une loupe binoculaire LEICA MZ8 et du logiciel LAS v3.7.

4.1.5 Mesure de couleur

Les modifications de couleur, induites par l'application du revêtement sur les éprouvettes de chêne ou par les différents tests, ont été mesurées à l'aide d'un spectro-colorimètre Datacolor Microflash 200d (illuminant D65, observateur 10°, composante spéculaire incluse). Les résultats sont exprimés dans le système CIE Lab (L^* , a^* , b^*) représenté dans la Figure 17, avec :

- ✓ L^* : représentant la clarté, variant de 0 à 100, du noir au blanc ;
- ✓ a^* : variant de 0 à $+a^*$ mesurant la variation du gris au rouge et de 0 à $-a^*$ mesurant la variation du gris au vert ;
- ✓ b^* : variant de 0 à $+b^*$ mesurant la variation du gris au jaune et de 0 à $-b^*$ mesurant la variation du gris au bleu.

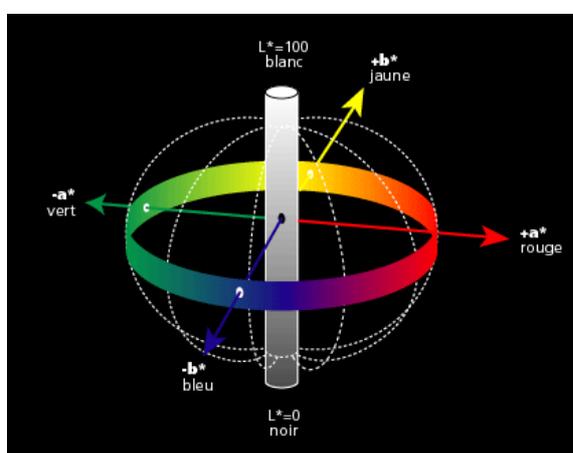


Figure 17 : représentation du système CIE $L^*a^*b^*$

La mesure de couleur avant et après vieillissement permet de calculer les écarts de couleur comme suit :

$$\Delta L^* = L^*_{\text{après vieillissement}} - L^*_{\text{avant vieillissement}}$$

$$\Delta a^* = a^*_{\text{après vieillissement}} - a^*_{\text{avant vieillissement}}$$

$$\Delta b^* = b^*_{\text{après vieillissement}} - b^*_{\text{avant vieillissement}}$$

Ces écarts permettent de connaître l'impact du vieillissement sur le déplacement de la couleur. En d'autres termes, lorsque :

$\Delta L^* > 0$, la teinte s'éclaircit ;

$\Delta a^* > 0$, la couleur se déplace vers le rouge ;

$\Delta b^* > 0$, la couleur se déplace vers le jaune.

L'écart global de couleur ΔE est défini entre deux points de l'espace $L^*a^*b^*$ comme étant égal à la distance entre ces deux points : $\Delta E = [(\Delta L^*)^2 + (\Delta a^*)^2 + (\Delta b^*)^2]^{1/2}$. Il reflète le changement global de couleur. Il est à noter qu'un écart de couleur ΔE inférieur à 3 n'est pas perceptible par l'œil nu.

4.1.6 Performance des revêtements au vieillissement

Les bloqueurs de tannins du marché étant toujours destinés à être revêtus de finition, deux finitions ont été sélectionnées, toutes deux en phase aqueuse, l'une transparente, l'autre opaque (blanche). Elles sont décrites dans le Tableau 2. La finition opaque a été sélectionnée sur la base de ses performances déjà étudiées dans l'étude « Finitions 10 ans ». Les deux finitions ont été appliquées à la brosse.

Tableau 2 : Finitions utilisées

Réf	Finition	Couleur	ES (%)	Rendement	Tps entre couche	Sec toucher	Nettoyage	Nb de couches
FO	opaque	blanc	56%	12 m ² /L	4 h	30 min	eau	2
FT	transparente	chêne doré	48%	14 m ² /L	12 h	5 h	eau	2

Tous les bloqueurs A à I (transparentes et opaques) ont été revêtus de la finition blanche (FO). Les bloqueurs transparents A et E ont également été revêtus de la finition transparente (FT).

Le grammage humide moyen appliqué était de 225 g/m² pour la finition opaque et de 130 g/m² pour la finition transparente.

Vieillessement artificiel au QUV

Les éprouvettes sont placées dans un QUV (Figure 18) et exposé au cycle de vieillissement de la norme NF EN 927-6 durant 12 semaines, soit 2016 heures.



Vue extérieure de l'appareil



Vue intérieure de l'appareil

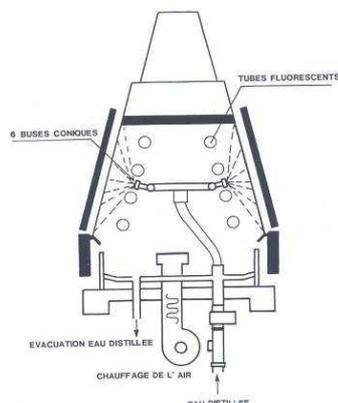
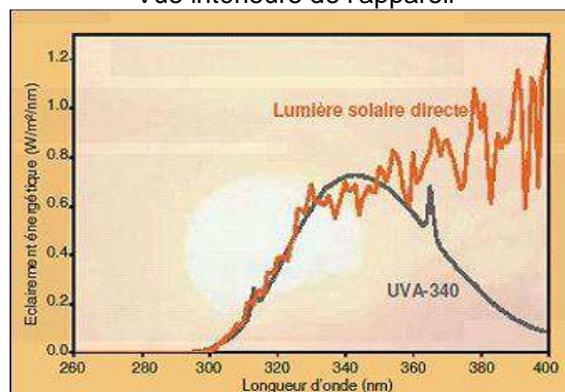


Schéma de l'appareil en coupe transversale



Caractéristiques des lampes UVA-340 nm utilisées dans le QUV

Figure 18 : Appareil de vieillissement artificiel QUV

Après vieillissement, les éprouvettes sont conditionnées durant deux semaines à (20 ± 2) °C et (65 ± 5) % d'humidité relative avant d'être examinées pour relever la présence éventuelle de cloquage (ISO 4628-2), craquelage (ISO 4628-4), écaillage (ISO 4628-5), farinage (ISO 4628-6). Chacun de ces défauts est évalué sur une échelle de 0 à 5 comme détaillé dans le Tableau 3.

Tableau 3 : Mode de cotation pour la désignation de la quantité des défauts

Cotation	Quantité des défauts
0	Aucun, c'est-à-dire aucun défaut décelable
1	Très peu, c'est-à-dire petit nombre de défaut, juste significatif
2	Peu, c'est-à-dire petit nombre significatif de défauts
3	Nombre moyen de défauts
4	Nombre important de défauts
5	Dessin dense de défauts

Le changement d'aspect général (ou apparence générale) de chaque éprouvette est également notée sur une échelle de 0 à 5 (cf Tableau 4) par comparaison avec l'éprouvette témoin non exposée.

Tableau 4 : Mode de cotation pour la désignation de l'intensité des changements

Cotation	Intensité du changement
0	Inchangé, c'est-à-dire aucun changement perceptible
1	Très léger, c'est-à-dire changement juste perceptible
2	Léger, c'est-à-dire changement nettement perceptible
3	Moyen, c'est-à-dire changement prononcé
4	Considérable, c'est-à-dire changement prononcé
5	Changement très marqué

La couleur est mesurée comme expliqué précédemment.

La brillance a été évaluée avant et après vieillissement. Pour cela le brillancemètre Erichsen PICO model 500 a été utilisé avec un angle de lumière incidente de 60 °. L'appareil est calibré avec un support spécifique. La mesure de brillance est réalisée dans le sens du fil du bois (c'est-à-dire avec le faisceau lumineux parallèle au fil) sur 3 zones distinctes dans la longueur du panneau pour les éprouvettes de vieillissement naturel et de roue (2 zones pour les éprouvettes plus petites de QUV) puis toujours dans le sens du fil sur 3 zones adjacentes (2 zones pour les éprouvettes QUV) de façon à avoir le faisceau de lumière incidente venant de la direction opposée. Une brillance moyenne avant et après vieillissement est ensuite calculée.

L'adhérence de la finition a été évaluée par le test du quadrillage reposant sur la norme NF EN ISO 2409. Le principe consiste à effectuer un quadrillage en réalisant des incisions parallèles et perpendiculaires dans le revêtement. Les incisions doivent pénétrer jusqu'au substrat. Le quadrillage est réalisé en traçant un quadrillage par deux séries d'entailles perpendiculaires espacées de 2 mm délimitant vingt-cinq carrés de 2 mm de côté. L'espacement de 2 mm est choisi pour les projectiles durs et tendres (par exemple bois et plâtres) et est destiné aux revêtements qui ont une épaisseur jusqu'à 120 µm. Une bande de ruban adhésif est ensuite placée sur le quadrillage et est frottée avec un doigt pour assurer un bon contact. La bande adhésive est enlevée en tirant dessus de façon constante à un angle aussi proche que possible de 60°. La zone de découpe de la couche d'essai est examinée et est classée de 0 (bonne adhérence) à 5 (mauvaise adhérence) en fonction de la quantité de revêtement enlevée et par une comparaison visuelle avec les illustrations fournies par la norme.

4.2 Résultats des essais de perméabilité à l'eau

L'absorption d'eau des bloqueurs est présentée sur la Figure 19 pour le chêne et sur la Figure 21 pour le châtaignier.

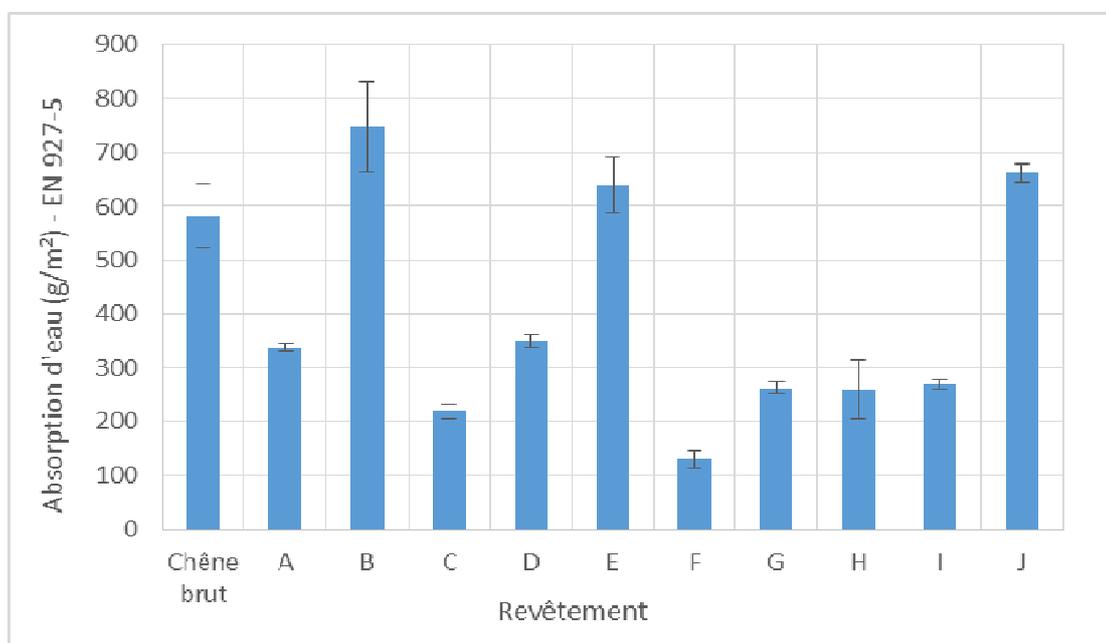


Figure 19 : Absorption d'eau des éprouvettes de chêne brutes et revêtues (méthode EN 927-5)

L'absorption d'eau moyenne du chêne était de 583 g/m². Les bloqueurs A, C, D, F, G, H et I avaient des absorptions d'eau inférieures à celle du chêne brut et protégeaient ainsi le bois de l'entrée d'humidité/eau. Bien qu'appliqué en 1 couche et avec les grammages les plus faibles, les bloqueurs A, G et H ont permis d'obtenir de faibles absorptions d'eau, mesurées à 337, 262 et 259 g/m² respectivement. Les meilleures propriétés barrières à l'eau ont été obtenues avec les bloqueurs C et F. Le bloqueur C est un top coat, contrairement aux autres bloqueurs qui sont des primaires (ou minéralisant), et a une des épaisseurs sèches appliquées les plus élevées (Figure 20). Les bloqueurs B, E et J étaient les plus perméables à l'eau et conduisaient même à une absorption d'eau supérieure à celle du chêne brut.

Les épaisseurs sèches des films ont été mesurées à la loupe binoculaire (Figure 20). L'absorption d'eau n'était pas corrélée à l'épaisseur du film du bloqueur. L'épaisseur était plus importante pour les bloqueurs C et I. Le bloqueur E est celui conduisant à l'épaisseur la plus faible (13 µm en moyenne) et une absorption d'eau de 640 g/m². Même avec une épaisseur de 48 µm, l'absorption d'eau du bloqueur B était supérieure à celle du bois brut.

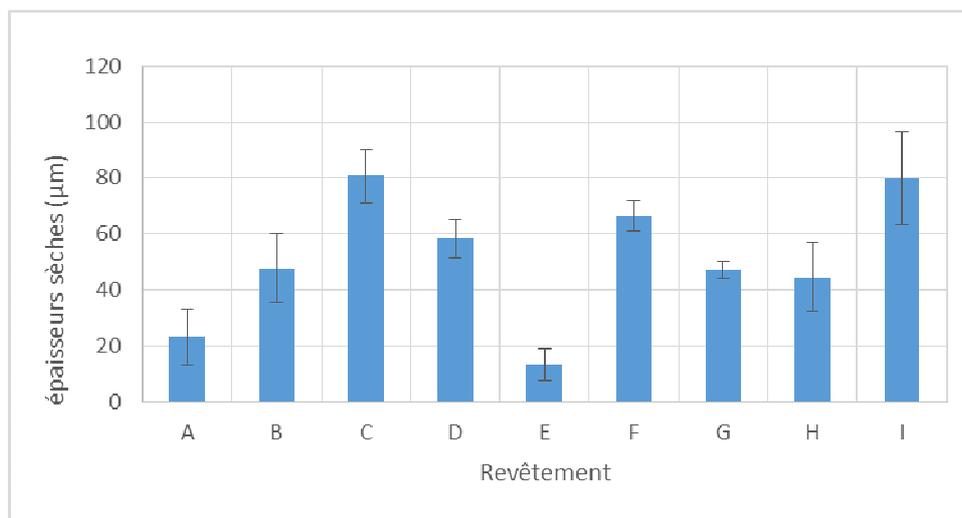


Figure 20 : Épaisseurs sèches des revêtements

L'absorption d'eau moyenne du châtaignier était de 461 g/m² (Figure 21), ce qui est inférieur à celle mesurée sur le chêne.

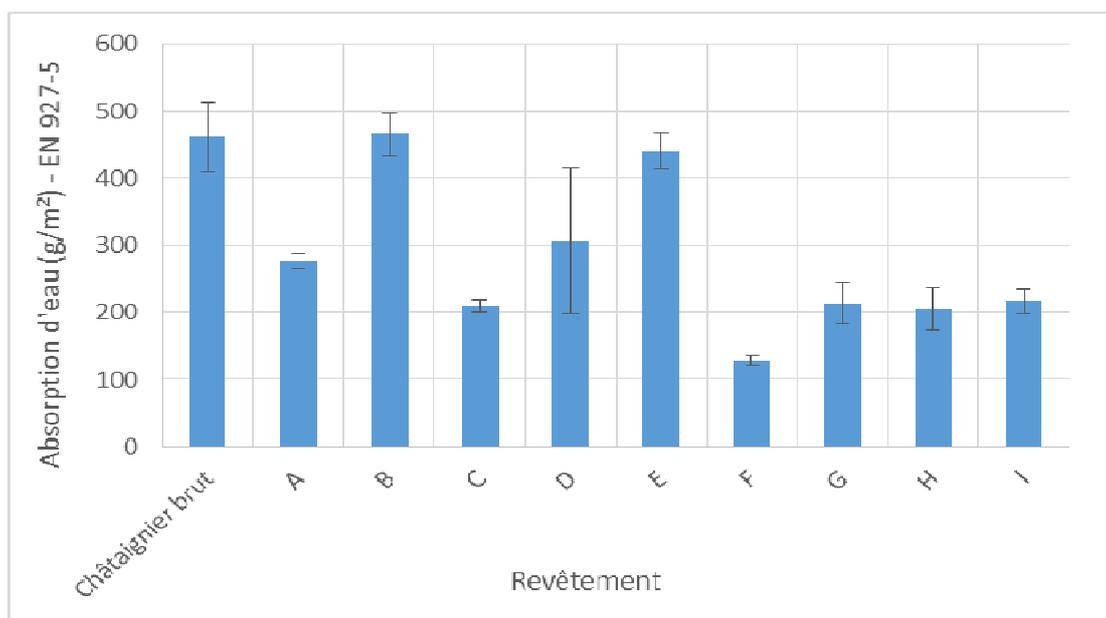


Figure 21 : Absorption d'eau des éprouvettes de châtaignier brutes et revêtues (méthode EN 927-5)

Les mêmes tendances que sur le chêne sont observées sur le châtaignier: les bloqueurs C et F présentaient les plus faibles absorptions d'eau tandis que les bloqueurs B et E présentaient les plus élevées et étaient de l'ordre de celle du châtaignier brut.

La Figure 22 facilite la comparaison des performances des bloqueurs sur les deux essences et présente l'efficacité hydrofuge (WPE).

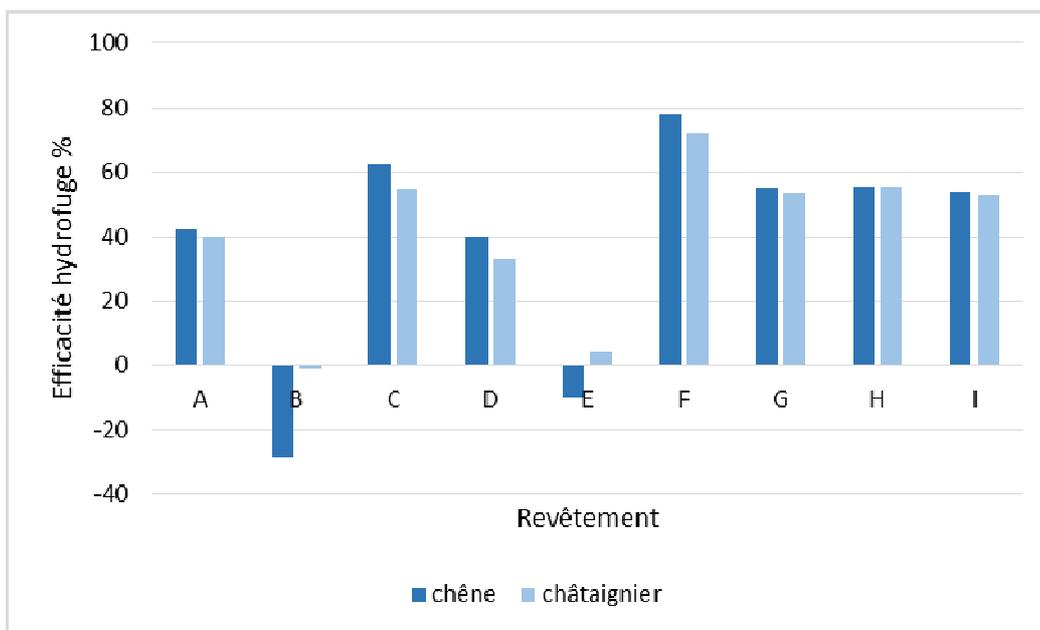


Figure 22 : Efficacité hydrofuge des revêtements testés

Excepté pour les bloqueurs B et E, l'efficacité hydrofuge de chaque bloqueur est globalement voisine pour les deux essences. Le changement d'essence n'affecte pas la classe de perméabilité du revêtement considéré

La répartition des bloqueurs selon les classes de perméabilité (voir définition des classes § 4.1.1) est reportée dans le Tableau 5.

Tableau 5 : Répartition des bloqueurs par classe d'efficacité hydrofuge

Classes d'efficacité hydrofuge	Bloqueurs de tannins
1	B, E
2	A, D
3	C, G, H, I
4	F

4.3 Résultats des tests d'immersion

Lors de l'essai de perméabilité à l'eau liquide selon la norme NF EN 927-5, seule la face d'essai peut permettre une migration de tannins, les autres faces étant colmatées à l'aide d'une finition imperméable.

Lors du test d'immersion, l'éprouvette est complètement immergée dans l'eau pendant 72 h et toutes les faces peuvent potentiellement permettre une migration de tannins ou d'extraits colorés. Cet essai permet donc d'obtenir des informations supplémentaires sur la capacité du revêtement à protéger les bois de bout, dont la porosité facilite les reprises d'eau et donc le relargage de tannins.

Les absorptions d'eau des différents bloqueurs ont été mesurées et sont représentées sur la Figure 23.

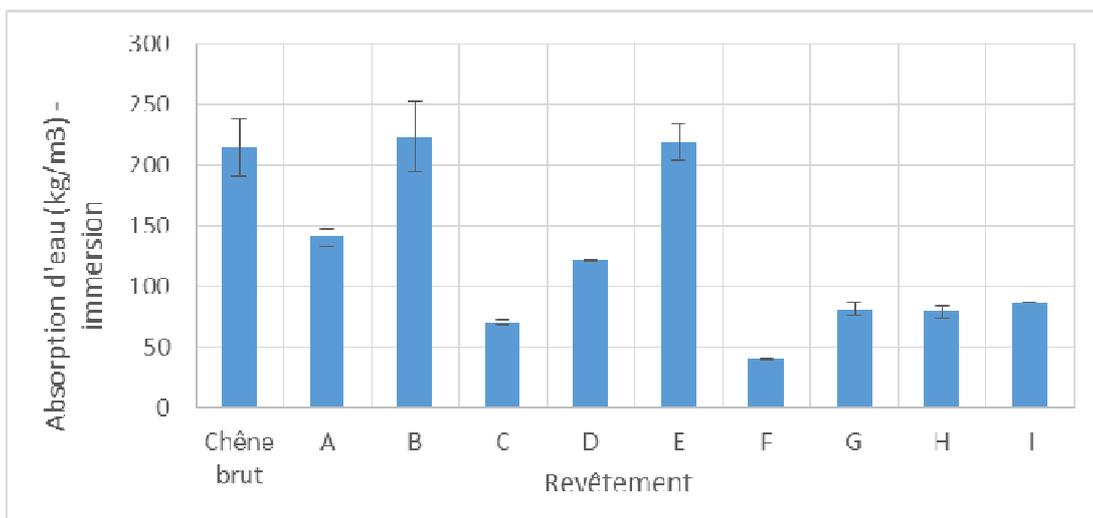


Figure 23 : Absorption d'eau des échantillons de chêne brutes et revêtues lors du test d'immersion

Les mêmes tendances que pour l'essai de perméabilité selon la norme EN 927-5 ont été observées. Les bloqueurs C et F avaient les absorptions d'eau les plus faibles, inférieures à celles du chêne brut. Les bloqueurs B et E conduisaient à une absorption d'eau élevée, même supérieure au chêne non revêtu.

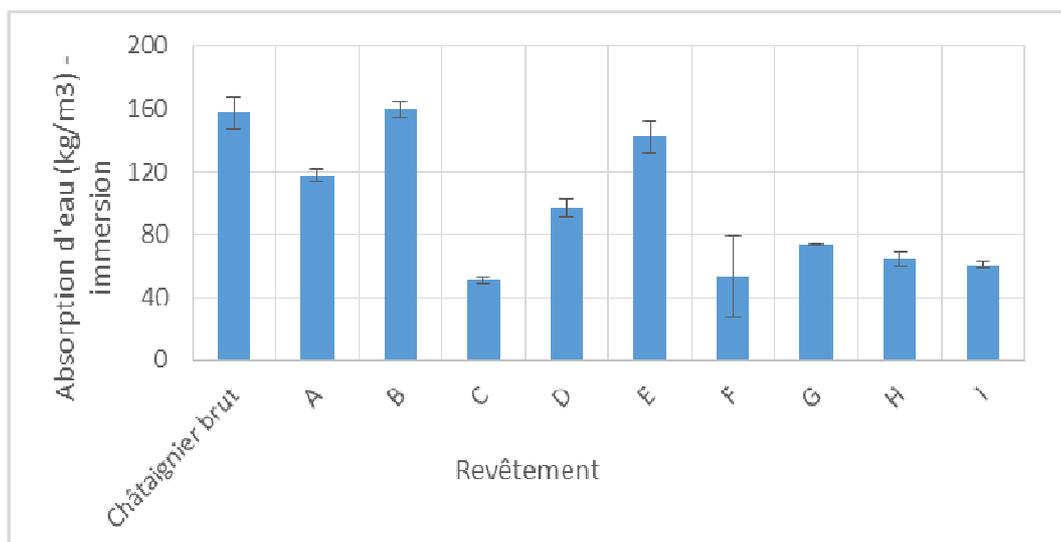


Figure 24 : Absorption d'eau des échantillons de châtaignier brutes et revêtues lors du test d'immersion

Sur châtaignier on note les mêmes tendances que pour le chêne. Les bloqueurs C et F avaient des absorptions d'eau les plus faibles, inférieures à celle du châtaignier brut. Les bloqueurs B et E avaient une absorption d'eau élevée, même supérieure au châtaignier non revêtu.

Les jus d'immersion ont été collectés (Figure 25 et Figure 26). Les pH mesurés étaient tous compris entre 4,5 et 6.

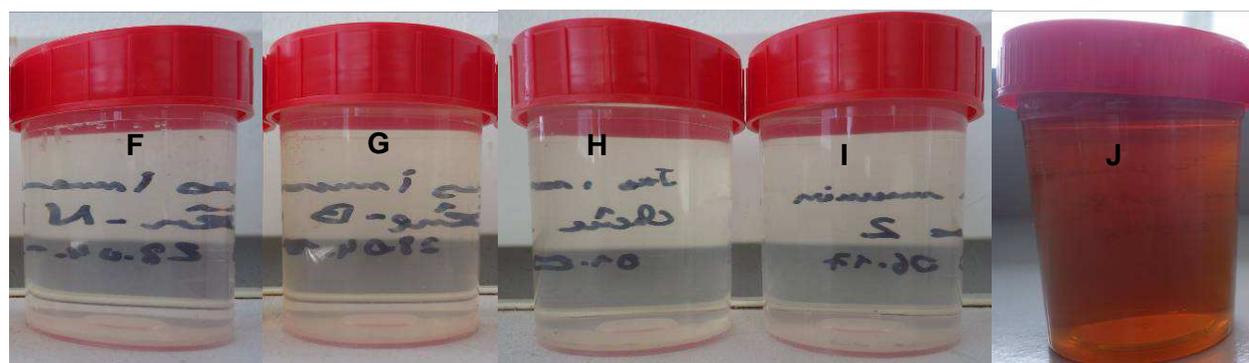


Figure 25 : Jus provenant des tests d'immersion des éprouvettes de chêne brutes et revêtues

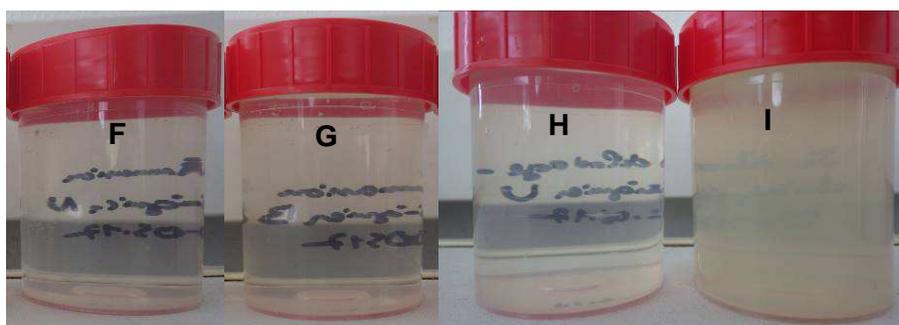
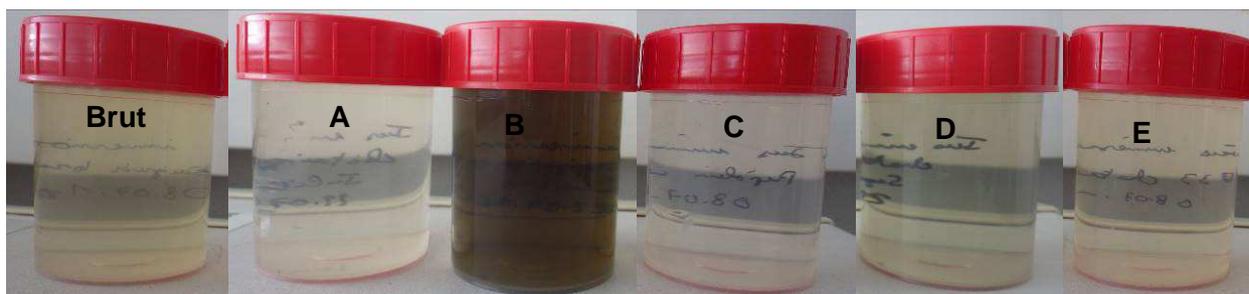


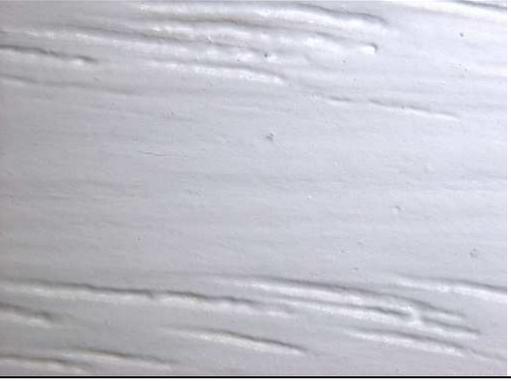
Figure 26 : Jus provenant des tests d'immersion des éprouvettes de châtaignier brutes et revêtues

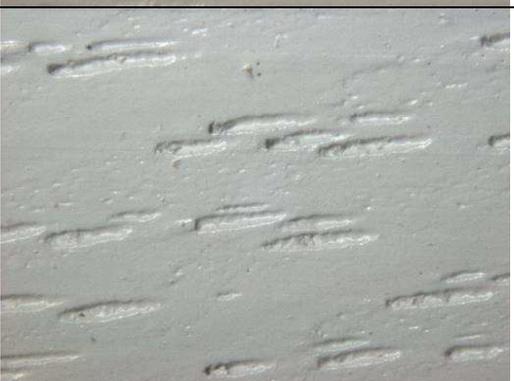
Comme observé sur la Figure 25 et sur la Figure 26, l'eau récupérée après les tests d'immersion pour le chêne et le châtaignier brut étaient jaunes à cause du relargage de tannins. Pour le chêne, les eaux récupérées des bloqueurs A, C et D, F, H et I étaient transparentes. Pour le châtaignier des eaux transparentes ont été obtenues avec les bloqueurs A, C, F et H. Pour le bloqueur E, le jus récupéré était jaunâtre dans le cas du chêne et du châtaignier non revêtu. Les jus d'immersion du bloqueur B étaient plus foncés pour le châtaignier, suggérant probablement des quantités de tannins et/ou extraits colorés plus importantes.

Il aurait été intéressant de pouvoir mesurer la couleur des jus afin d'avoir une valeur chiffrée. De plus une caractérisation chimique par chromatographie permettrait d'identifier les différents composés des jus, ces composés pouvant d'ailleurs être aussi incolores.

Les résultats des essais d'immersion sont bien corrélés avec ceux obtenus pour la perméabilité à l'eau liquide. Plus l'absorption d'eau est faible et moins il y a d'extraits colorés dans les jus récupérés après les essais. Une faible absorption d'eau est donc une première indication sur la capacité d'un revêtement à prévenir la migration de tannins/extraits colorés. Evaluer la perméabilité à l'eau liquide des bloqueurs de tannins est donc une recommandation à émettre auprès des fabricants de produits.

Des photos des échantillons de chêne bruts et revêtus sont regroupées sur la Figure 27. Seul l'aspect des éprouvettes après le test d'immersion est présenté mais celui-ci était le même après le test de perméabilité.

Revêtement	Avant immersion	Après immersion
Brut		
A		
B		
C		

Revêtement	Avant immersion	Après immersion
D		
E		
F		
G		

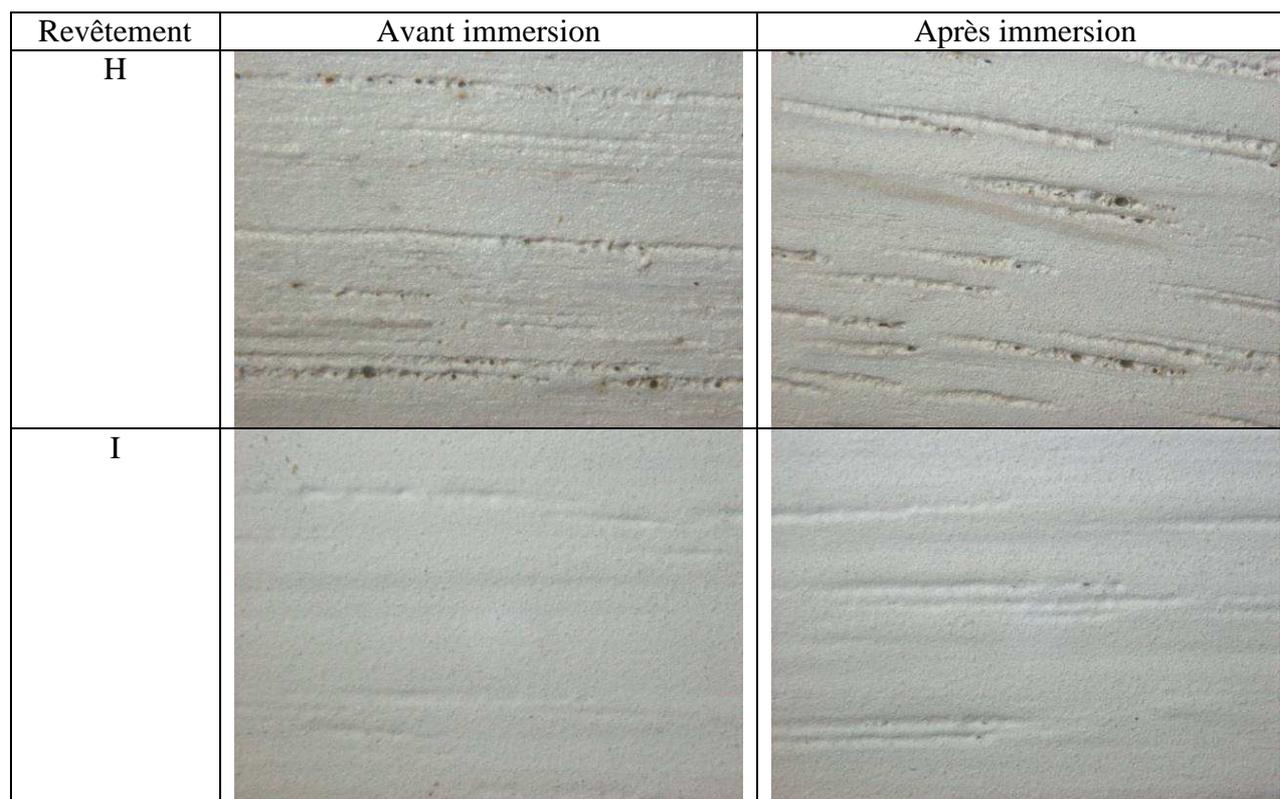


Figure 27 : Image de la surface d'éprouvettes de chêne brut et revêtues avant et après test d'immersion (grossissement x10)

L'aspect des éprouvettes, revêtues ou non, était similaire avant et après le test d'immersion, excepté pour les bloqueurs B, F et H. Pour le revêtement B, un très grand nombre de taches était visible après essai sur toutes les surfaces des éprouvettes. Pour le revêtement H, les taches sont beaucoup moins nombreuses et moins marquées. Pour le revêtement F, les rayons ligneux (uniquement présents dans le chêne) sont plus visibles après essai. Pour les éprouvettes de chêne brutes et revêtues avec le bloqueur E, les jus collectés étaient colorés mais aucune tache n'était visible à la surface des échantillons.

Le changement de couleur, engendré par la procédure d'immersion, a été mesuré et est exprimé par l'écart total de couleur : $\Delta E (L^*a^*b^*_{\text{après immersion}} - L^*a^*b^*_{\text{avant immersion}})$. Il est reporté dans le Tableau 6 pour chaque bloqueur.

Tableau 6 : Ecart total de couleur relatif à l'essai d'immersion

Revêtement	$\Delta E (L^*a^*b^*_{\text{après immersion}} - L^*a^*b^*_{\text{avant immersion}})$	
	Moyenne	Ecart type
Brut	2,71	1,20
A	2,84	1,10
B	19,61	1,05
C	0,76	0,25
D	2,87	0,65
E	6,14	2,18
F	1,79	0,42
G	2,18	1,08
H	5,18	0,54
I	0,85	0,32

Après le test d'immersion, les éprouvettes revêtues avec le bloqueur B, présentaient une quantité très importante de taches, et ceci sur toutes les faces. Un changement significatif de couleur a été mesuré ($\Delta E \sim 20$) en comparaison avec les autres revêtements.

Le bloqueur E ne présentait pas de taches cependant l'écart de couleur mesuré est important, il est supérieur à 6. Enfin le bloqueur H, qui présente quelques taches en surface, possède également un écart de couleur significatif de 5. Pour les autres bloqueurs l'écart de couleur mesuré est inférieur à 3, ce qui est la valeur seuil de détection de l'œil humain.

Pour le bloqueur B, la surface des échantillons a été observée plus en détail grâce à la loupe binoculaire (Figure 28). Un nombre important de craquelures a été visualisé en surface, coïncidant avec la porosité du bois (rayons ou vaisseaux).

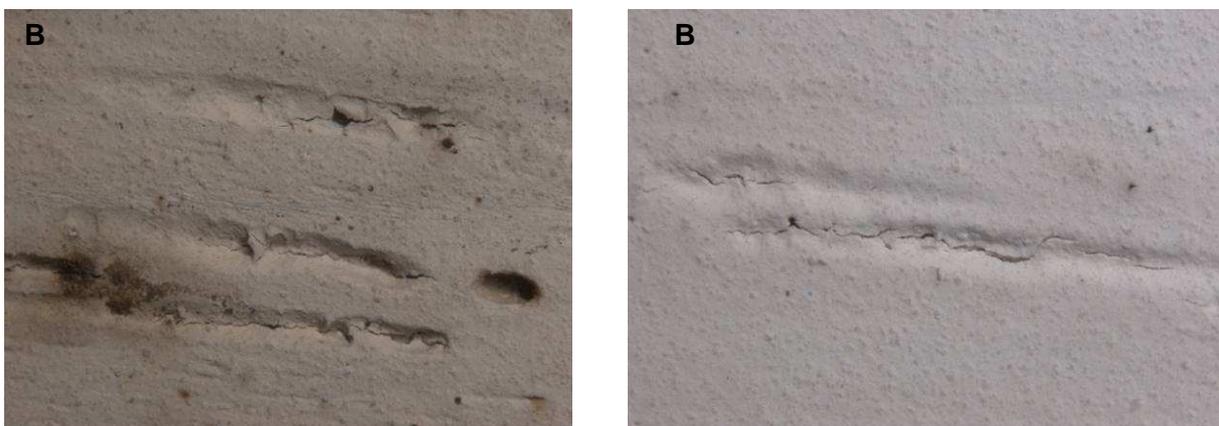


Figure 28 : Surface du chêne revêtu avec le bloqueur B, après (à gauche) et avant (à droite) test d'immersion (grossissement x 25)

Les autres bloqueurs, et plus particulièrement ceux de couleur blanche, présentaient un bon pouvoir couvrant de la micro-structure du bois, excepté pour les bloqueurs G et H qui sont appliqués en une couche à un faible grammage. Les craquelures, pour le bloqueur B, étaient déjà visibles avant le test d'immersion. Celles-ci favorisent probablement la remontée des tannins, étant donné que le film de peinture n'est pas complètement continu pour protéger le chêne de la reprise d'eau.

On peut se demander si l'épaisseur du film était suffisante pour protéger le chêne correctement. Des éprouvettes supplémentaires ont donc été préparées. Le bloqueur B a été appliqué en doublant le grammage afin d'augmenter l'épaisseur de celui-ci. Comme précédemment, des craquelures étaient visibles à la surface des éprouvettes. Une application en 2 couches a également été effectuée. Ceci a conduit à l'obtention d'un film de meilleure qualité, comparé à une application en une couche, mais, là encore, des craquelures ont été observées.

Concernant le bloqueur B, il y aurait apparemment assez de matière pour combler les pores du bois. Les fractures du film apparaissaient durant le séchage probablement car le revêtement n'était pas assez flexible pour recouvrir les microstructures du chêne correctement (Figure 29). A l'opposé, malgré sa faible épaisseur (environ 13 μm), le bloqueur A (Figure 29) a la capacité de former un film continu à la surface du chêne. Ce bloqueur est capable de recouvrir de manière convenable la porosité d'échantillons de chêne.

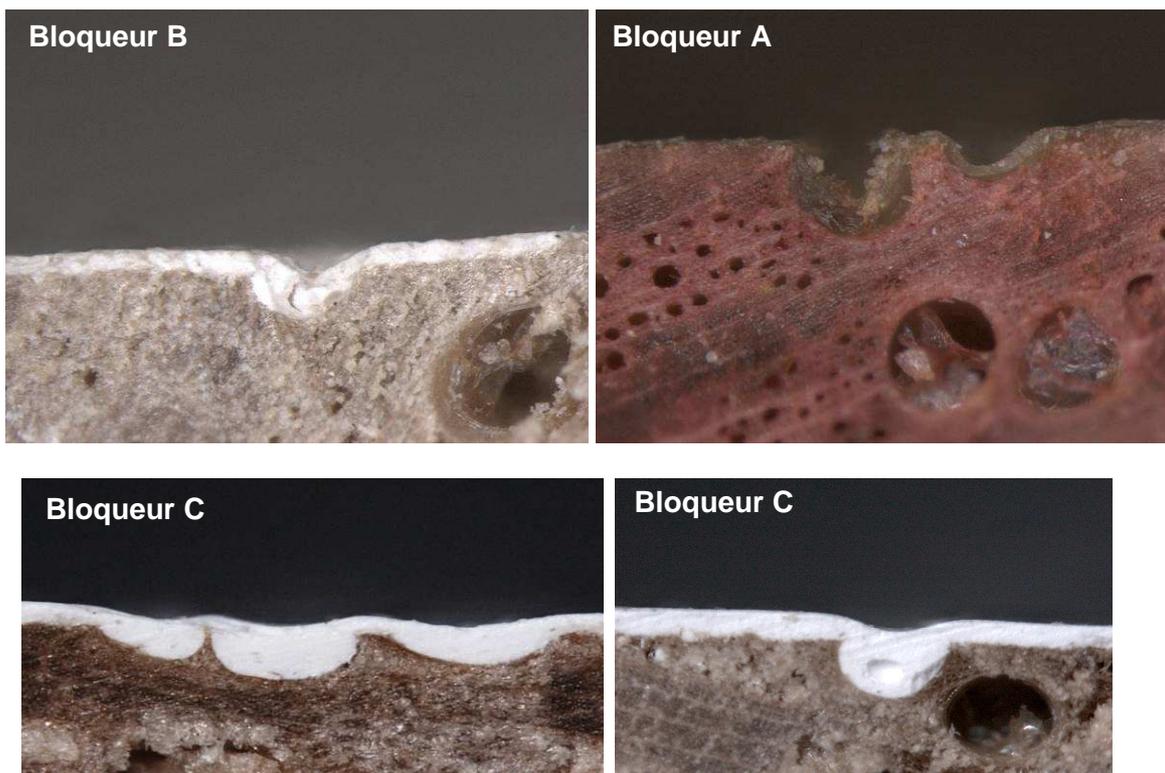


Figure 29 : Image d'éprouvettes de chêne revêtues avec les bloqueurs B, A et C (le chêne a été coloré avec du méthyl orange), grossissement x63

La faible flexibilité du revêtement B est probablement responsable de la remontée de tannins au cours des différents essais, permettant ainsi à l'eau d'être en contact avec le bois et de solubiliser les tannins. Un autre phénomène a également été observé: lors de l'application sur du chêne : ce revêtement, initialement blanc, devenait plus foncé, du fait probablement du relargage de tannins dès son contact avec le bois. Les bloqueurs blancs B, C et D ont donc été appliqués sur des échantillons de pin sylvestre, essence qui possède beaucoup moins d'extractibles (Figure 30). L'écart total de couleur obtenue pour une application de ces 3 bloqueurs sur les 2 essences a été calculé $\Delta E (L^*a^*b^*_{\text{chêne}} - L^*a^*b^*_{\text{pin sylvestre}})$ et est reporté dans le Tableau 7. Comme pour les bloqueurs C et D, le revêtement B gardait sa couleur blanche lorsqu'il était appliqué sur pin sylvestre. L'application sur du chêne conduisait à un changement de couleur significatif pour le bloqueur B ($\Delta E \sim 8,5$).



Figure 30 : Bloqueurs B, C et D appliqués sur pin sylvestre (en haut) et chêne (en bas)

Tableau 7 : Ecart total de couleur entre chêne et pin sylvestre revêtus

Revêtement	$\Delta E (L^*a^*b^*_{\text{chêne}} - L^*a^*b^*_{\text{pin sylvestre}})$	
	Moyenne	Ecart type
B	8,54	0,17
C	0,78	0,12
D	2,57	0,23

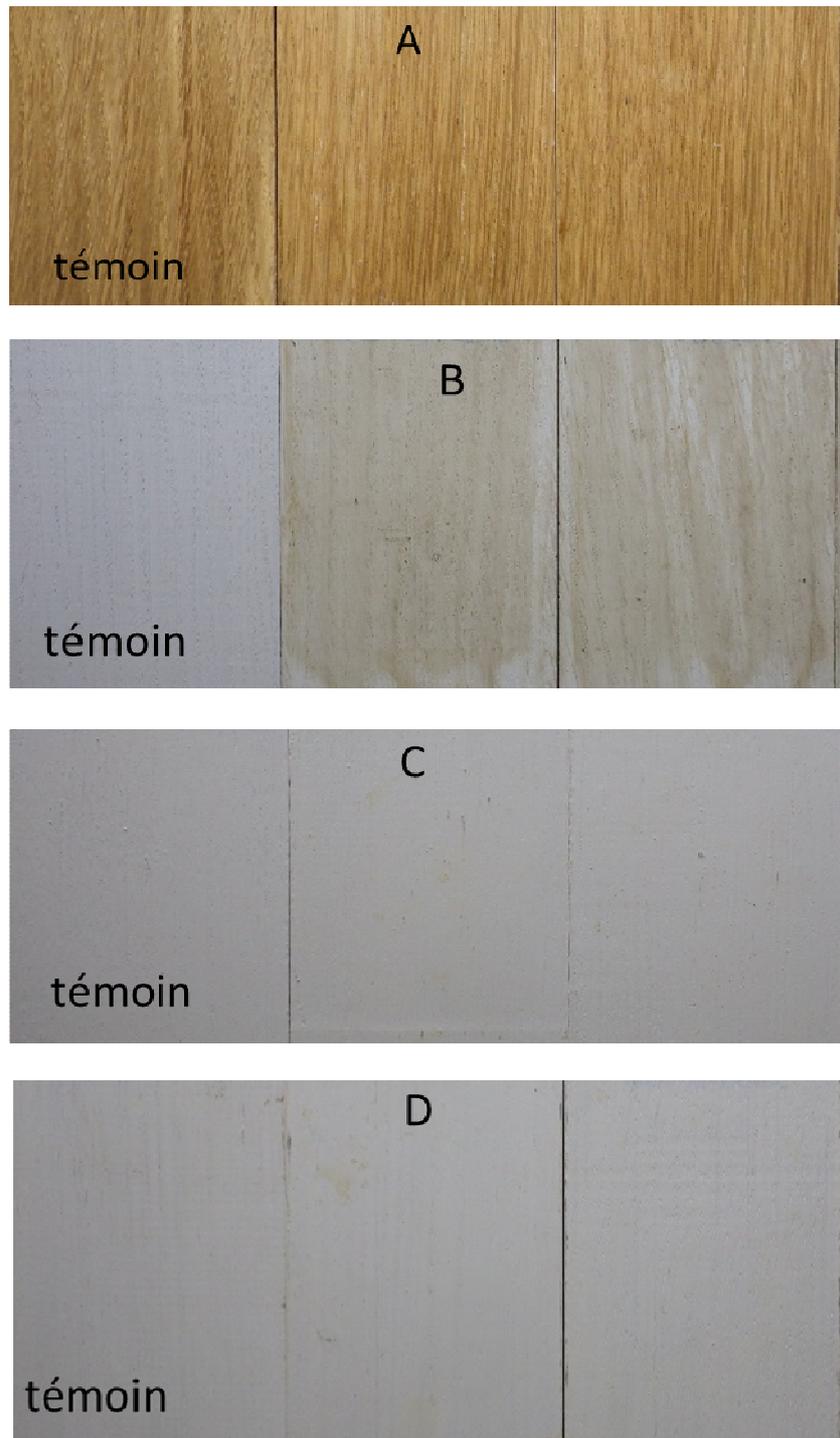
Le pH des différents bloqueurs a été mesuré en utilisant du papier pH. Ils étaient tous compris entre 7,5 et 8,5, ce qui est l'une des recommandations de la littérature pour éviter la solubilisation des tannins. De ce fait, il y a probablement un constituant dans la formulation du bloqueur B qui solubilise les tannins lorsque celui-ci est appliqué sur chêne.

En comparant l'aspect des revêtements après les tests d'immersion ainsi que les jus obtenus, les revêtements A, C, D, F, G et I apparaissaient comme ayant les meilleures performances pour limiter la remontée des tannins.

Le test d'immersion donne des informations, à la fois sur le relargage des tannins, dans les jus récoltés, mais aussi sur le possible changement de couleur des surfaces revêtues. C'est une méthode facile à mettre en œuvre et rapide pour obtenir des informations sur les performances des bloqueurs de tannins, permettant également de discriminer différentes formulations.

4.4 Résultats des tests de condensation

L'aspect des éprouvettes avant et après le test de condensation est regroupé sur la Figure 31.



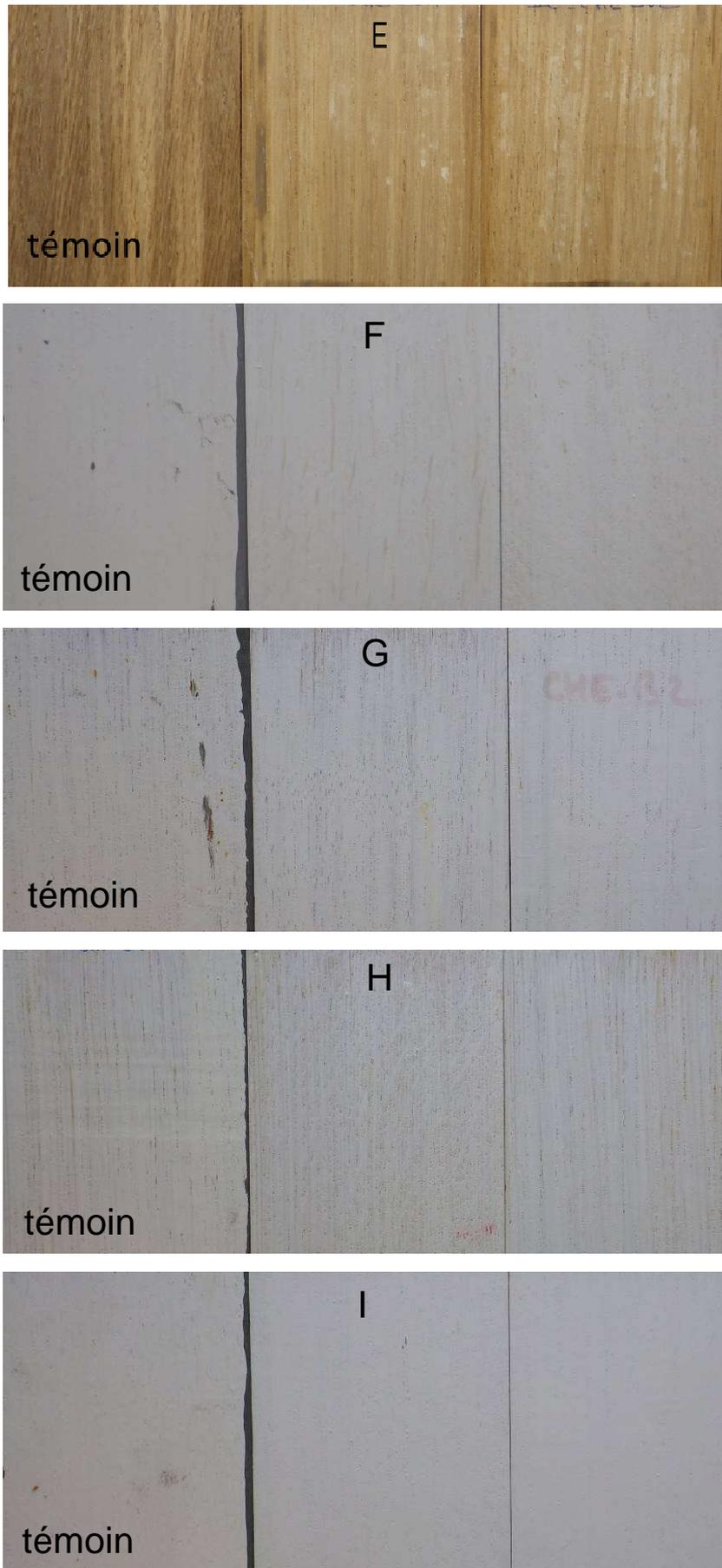
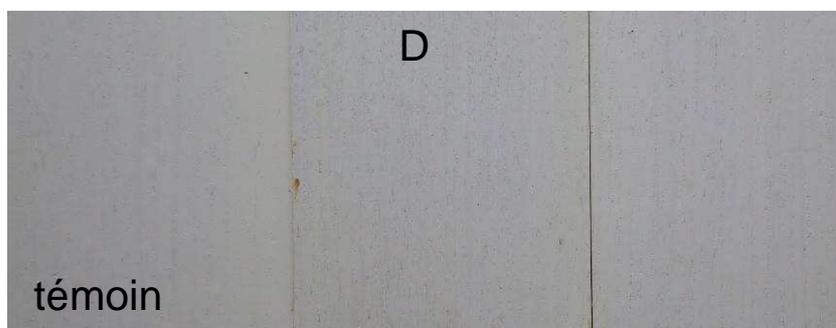
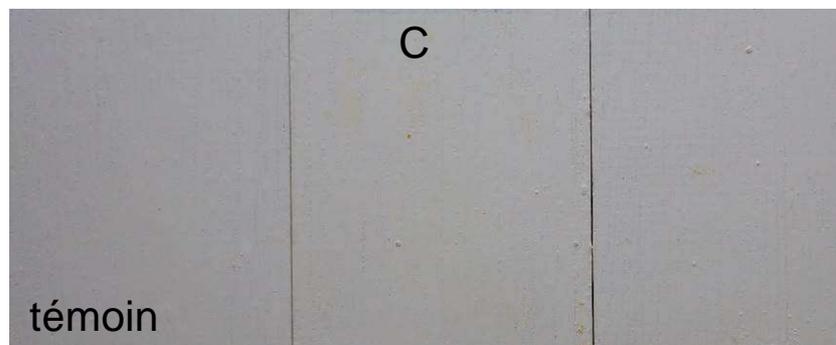
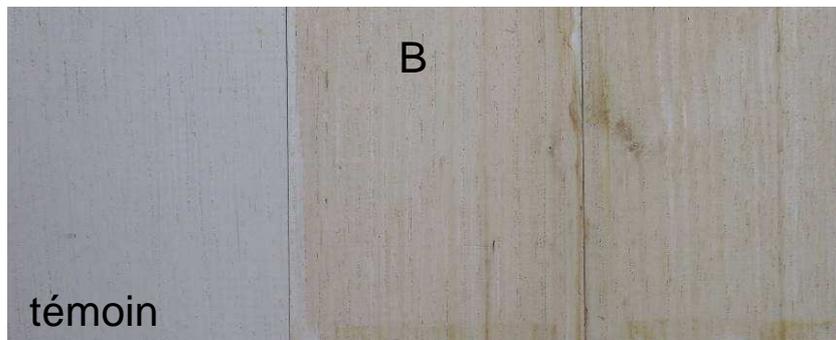
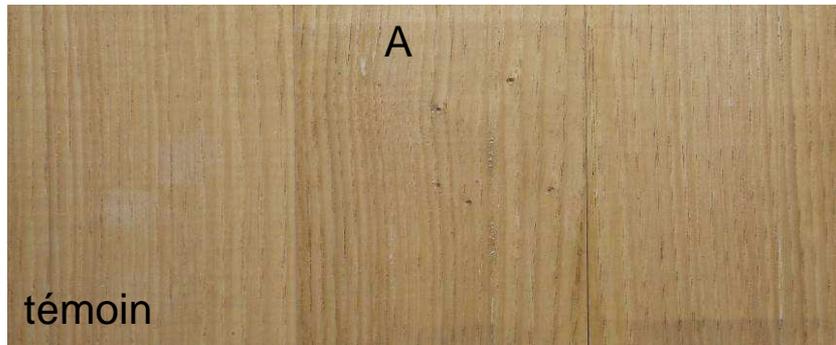


Figure 31 : Echantillons de chêne revêtus avec les 9 bloqueurs avant (témoin) et après test de condensation

Comme pour le test d'immersion cet essai a permis de faire migrer en surface les tannins. Le revêtement B était taché après essai. Lors des essais par immersion les taches étaient petites et très nombreuses. Pour cet essai de condensation, la quasi-totalité de la surface des éprouvettes est tachée.

Le revêtement H, présentait également une surface tachée de manière assez homogène mais d'intensité moindre. Pour le revêtement E, aucune dégradation de surface n'était observée dans le cas de l'essai par immersion bien que le jus recueilli soit coloré. Dans le cas de la condensation, des taches blanchâtres étaient visibles.



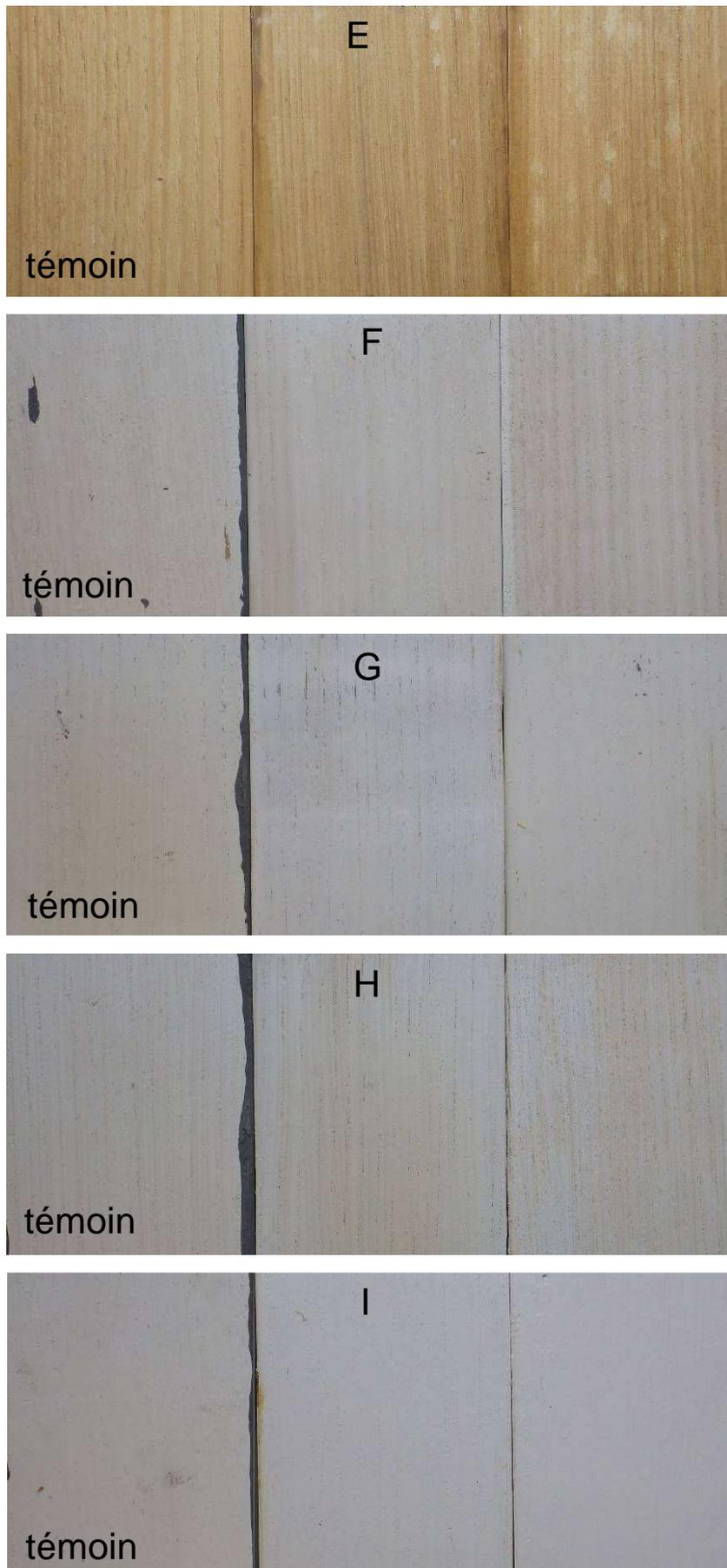


Figure 32 : Epreuves de châtaignier revêtues avec les 9 bloqueurs avant (témoin) et après test de condensation

Pour les bloqueurs revêtus sur châtaignier les observations sont semblables à ce qui a été noté sur chêne. Les bloqueurs B et H sont tachés, tandis que le bloqueur E présentait de légères taches blanchâtres.

Le changement de couleur, provoqué par la procédure de condensation, a été mesuré et est exprimé par l'écart total de couleur : ΔE ($L^*a^*b^*$ après condensation – $L^*a^*b^*$ avant condensation). Il est reporté sur la Figure 33 pour chaque bloqueur.

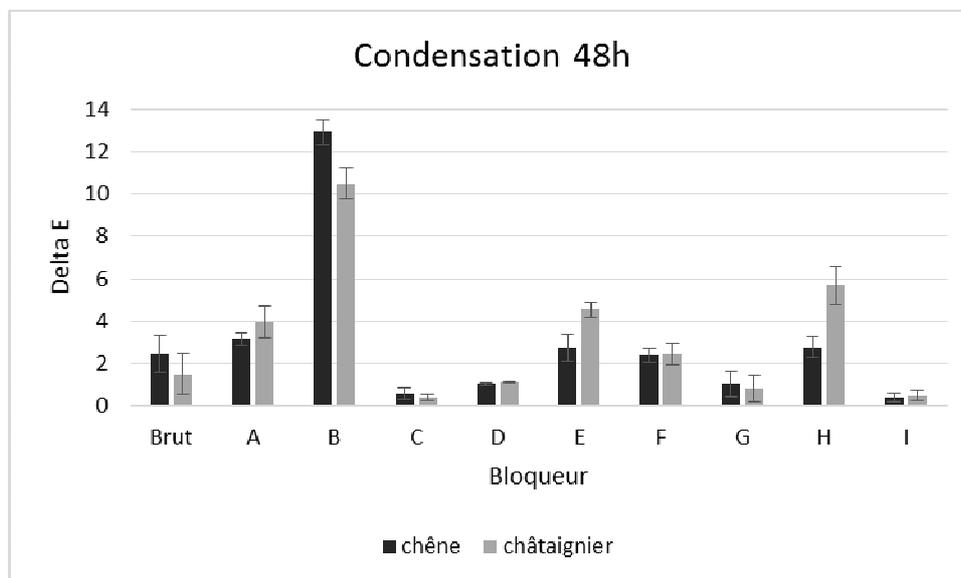


Figure 33 : Ecart de couleur avant et après essais de condensation pour les différents bloqueurs appliqués sur chêne et châtaignier

Les écarts les plus importants sont constatés pour les bloqueurs B, E et H. Pour le bloqueur B l'écart est plus important lorsqu'il est revêtu sur chêne alors que pour les bloqueurs E et H cela se produit sur châtaignier.

La Figure 34 récapitule les écarts de couleurs, des différents bloqueurs revêtus sur chêne, après les tests de perméabilité, d'immersion et de condensation.

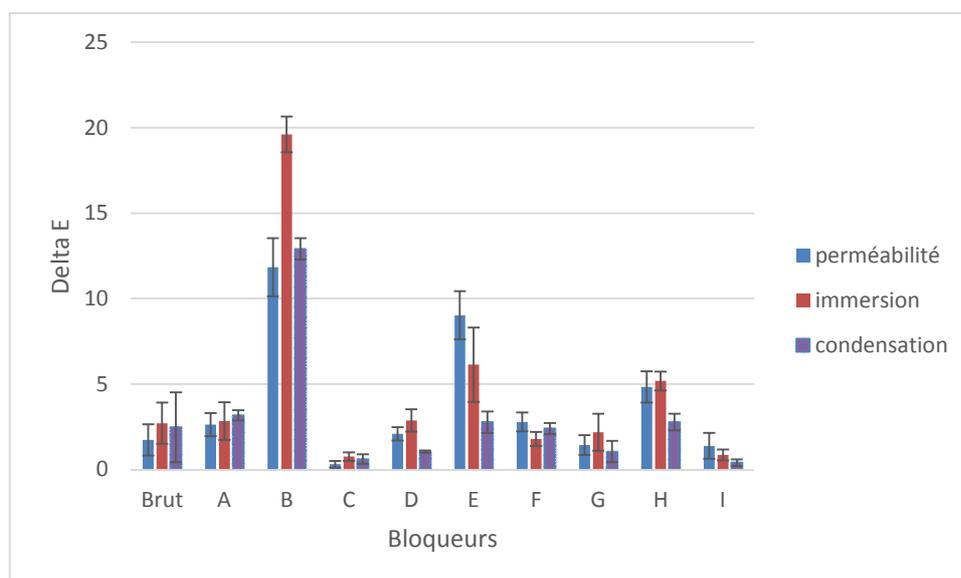


Figure 34 : Ecart de couleur avant et après essais de perméabilité, d'immersion et de condensation pour les différents bloqueurs appliqués sur chêne

Les mêmes tendances sont observées après les 3 procédures d'essai. Les bloqueurs B, E et H présentent les plus grandes variations de couleur quelle que soit la procédure d'essai.

En fonction du bloqueur la procédure engendrant le plus grand écart de couleur diffère. Pour le pour le bloqueur B, c'est l'immersion qui est le test le plus sévère alors que c'est l'essai de perméabilité NF EN 927-5 pour le bloqueur E.

4.5 Evaluation des taches de tannins via la norme expérimentale XP CEN/TS 16498

Dans le chapitre 3.4 nous avons décrit des essais réalisés en utilisant l'exposition cyclique climatique préconisé par la norme expérimentale XP CEN/TS 16498. Le revêtement 1, présentant de bonnes performances pour le blocage des tannins avait été testé directement appliqué sur du chêne. Aucune tache ou modification de couleur n'était apparue après l'exposition.

Nous avons ici testé entièrement la méthode telle que décrite dans la norme XP CEN/TS 16498.

Le principe est tout d'abord d'effectuer une extraction à l'eau chaude, de merbau, bois réputé contenir une proportion de tannins très importante. La fraction d'extractibles récoltée est ensuite concentrée à 3%, puis appliquée en 2 couches de 60 μm humide à l'aide d'un tire-film sur des éprouvettes de hêtre (Figure 35).



Figure 35 : extrait de merbau (à gauche), puis une fois déposé en 1 et 2 couches sur du hêtre (à droite)

L'application de l'extrait de merbau, sur les éprouvettes de hêtre, à l'aide d'un tire-film n'est pas aisée à cause de la faible viscosité du mélange et est donc peu précise. La Figure 36 représente les quantités d'extrait déposé pour chaque couche sur les différentes éprouvettes de hêtre. Il y a un facteur 1,5 entre l'éprouvette avec le grammage le plus faible et celle avec celui le plus élevé.

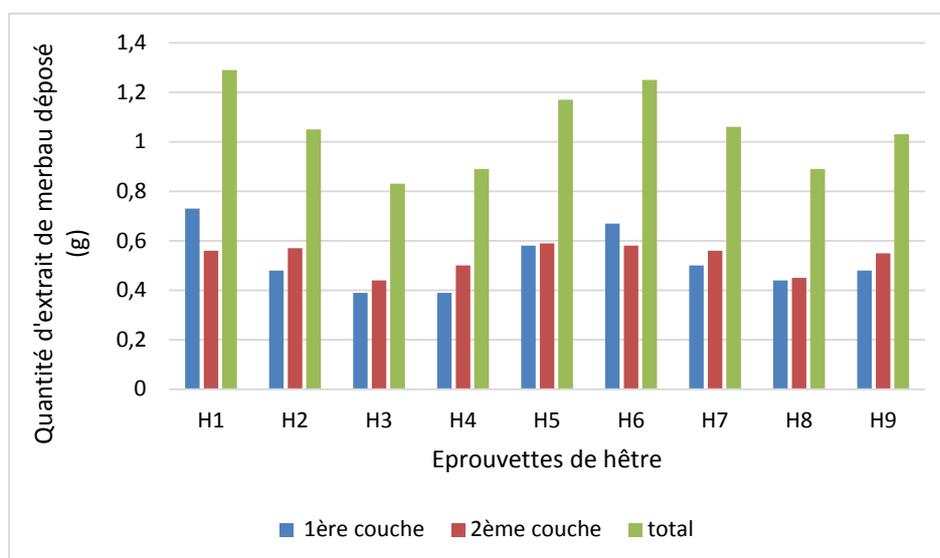


Figure 36 : Quantité d'extrait de merbau déposée sur les éprouvettes de hêtre

Les éprouvettes sont ensuite revêtues à l'aide du bloqueur de tannins à tester. La performance des bloqueurs B (blanc) et E (transparent) a été testée via cette méthode.

Pour le bloqueur B, la migration des tannins est déjà visible juste après l'application du revêtement.

Après séchage les éprouvettes sont soumises à une exposition climatique cyclique composée de 8 cycles de 24 h à $(60 \pm 2) ^\circ\text{C}$ et $(100 \pm 5) \%$ d'humidité relative et de 24 h à $(23 \pm 2) ^\circ\text{C}$ et $(50 \pm 5) \%$ d'humidité relative.

L'aspect des éprouvettes après l'exposition climatique cyclique est visible sur la Figure 37.

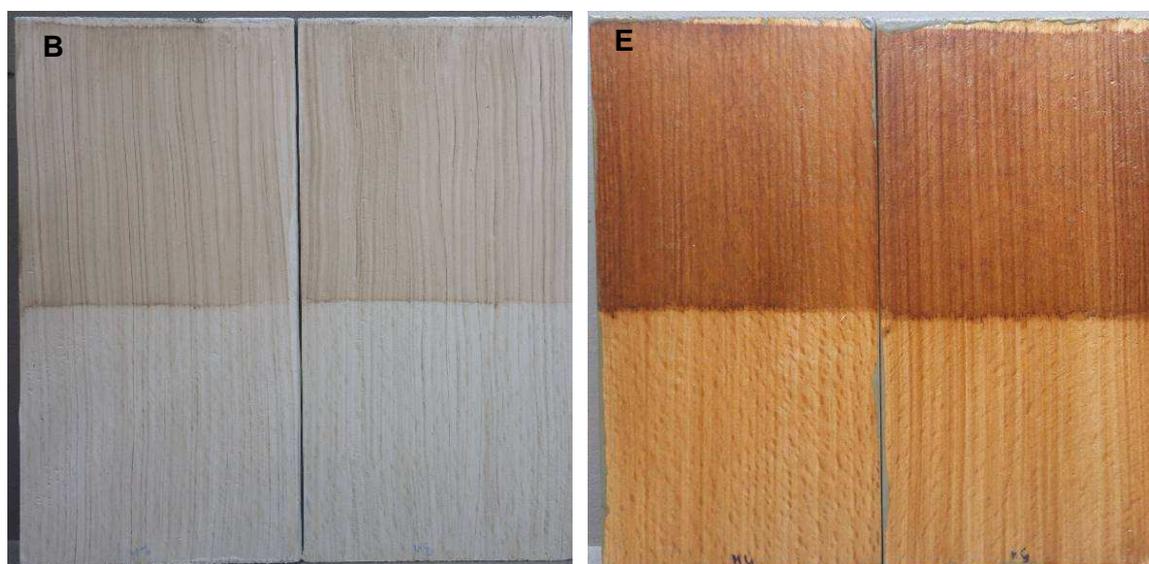


Figure 37 : Après l'exposition climatique cyclique, aspect des éprouvettes de hêtre revêtues de merbau dans leur moitié supérieure, puis des bloqueurs B (à gauche) et E (à droite)

L'aspect des éprouvettes après cette exposition est sensiblement le même qu'initialement. Aucune tache, comme dans le cas de l'immersion, n'est observée. Pour le bloqueur E, transparent, il est difficile de juger ou non de la remontée de tannins avant et après exposition.

Les différences de couleur ont été mesurées entre la zone avec extrait de merbau et la zone sans extrait de merbau, ceci avant et après exposition climatique cyclique. Ces différences de couleur sont répertoriées dans le Tableau 8.

Tableau 8 : Ecart de couleur avant et après exposition climatique cyclique

Revêtement	ΔE (zone merbau- zone sans merbau)	ΔE (zone merbau- zone sans merbau)	ΔE (après-avant exposition)	ΔE (après-avant exposition)
	Avant exposition	Après exposition	Zone merbau	Zone sans merbau
B blanc	6,15	10,92	11,09	5,53
E transp	13,4	17,64	15,46	12,36

Avant exposition la variation de couleur entre la zone avec et sans merbau pour la finition B, blanche est de 6,15. Après exposition cette variation est encore accentuée puisqu'elle est de 10,92. L'exposition climatique cyclique entraîne une importante variation de couleur pour les 2 bloqueurs dans la zone où le merbau a été déposé : variation de 11,09 pour le bloqueur B et 15,46 pour le bloqueur E.

L'exposition climatique cyclique a également été effectuée sur du chêne revêtu du bloqueur B.



Figure 38 : Aspect des échantillons de chêne revêtus avec le bloqueur B, après l'exposition climatique cyclique

Les dégradations observées après exposition (Figure 38) sont proches de celles observées précédemment pour l'essai d'immersion avec l'apparition de nombreuses petites taches marron et d'un brunissement général de la finition. La variation de couleur mesurée après et avant ce cycle était de 14,51. Cette valeur est plus élevée que celle mesurée pour le bloqueur appliqué sur le hêtre revêtu de merbau indiquant que dans ce cas l'usure serait plus sévère.

La méthode de la norme expérimentale XP CEN/TS 16498 nous apparaît fastidieuse. En effet il faut réaliser un extrait d'une essence (le merbau), à appliquer sur une autre essence (le hêtre), ce qui nécessite des équipements particuliers.

De plus, les tannins sont déposés en surface du bois : la migration est donc probablement différente de celle qui se produit pour ceux naturellement présents dans le bois. L'extrait de merbau est liquide et est donc plus difficile à appliquer au tire-film qu'un bloqueur qui, lui, est plus visqueux. La précision du grammage déposé en est également impactée. L'exposition climatique est relativement longue (384 h) et nécessite d'avoir des installations/chambres climatiques. Cette méthode apparaît donc bien plus longue et compliquée à mettre en œuvre en comparaison avec le test d'immersion qui est simple et rapide.

Pour les bloqueurs transparents il est également difficile de juger de la remontée éventuelle de tannins.

4.6 Performance des revêtements (bloqueurs recouverts de finitions) au vieillissement

Avant de détailler la performance des systèmes (bloqueurs recouverts de finitions), il est nécessaire de s'intéresser aux performances des deux finitions, directement appliquées sur chêne et châtaignier (sans bloqueurs préalables). Ces performances sont détaillées dans les figures suivantes.

La Figure 39 montre un craquelage nul avec la finition opaque et un craquelage faible à modéré pour la finition transparente.

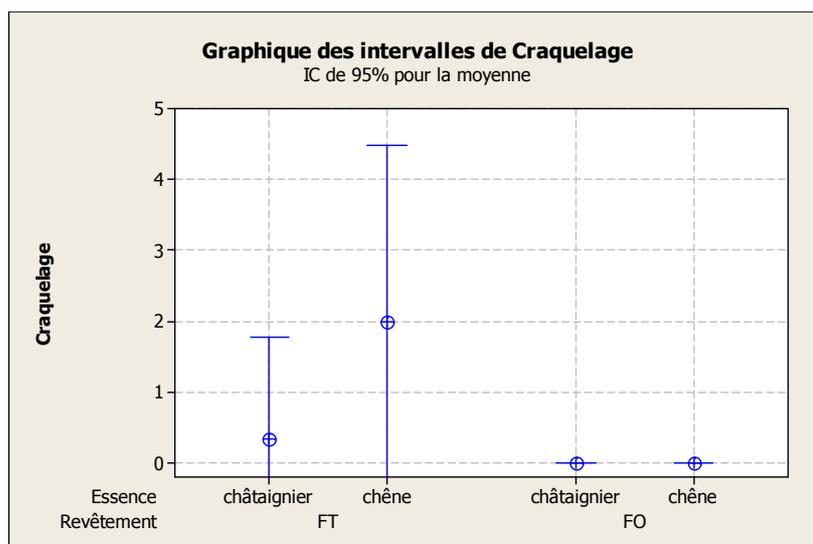


Figure 39 : Craquelage de la finition transparente (FT) et de la finition opaque (FO) sur châtaignier et chêne

Pour la finition transparente aucun farinage n'a été relevé comme le montre la Figure 40. Pour la finition opaque, un léger farinage a été relevé sur chêne.

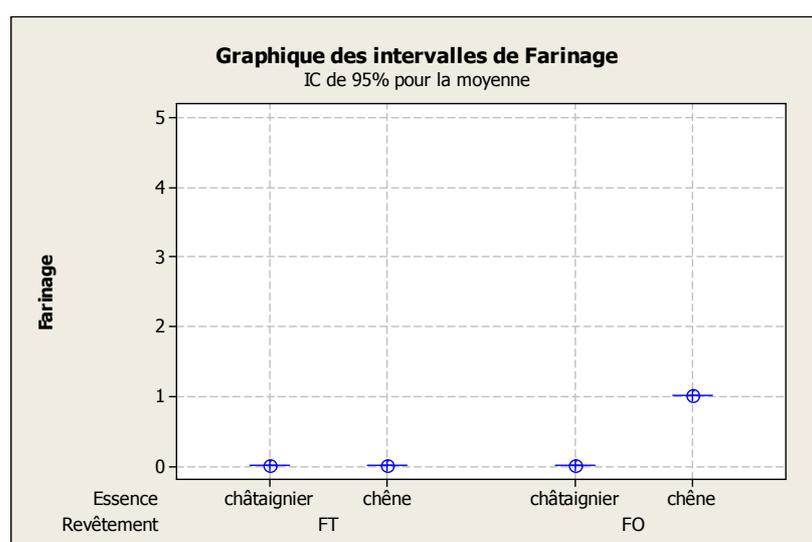


Figure 40 : Farinage de la finition transparente (FT) et de la finition opaque (FO) sur châtaignier et chêne

Aucun écaillage n'a été trouvé sur les deux finitions appliquées sur les deux essences.

Le changement d'aspect général est reporté dans la Figure 41. Elle montre que la finition transparente est plus affectée par le vieillissement que la finition opaque, ce qui était toutefois attendu, les pigments protégeant la résine constitutive de la finition opaque.

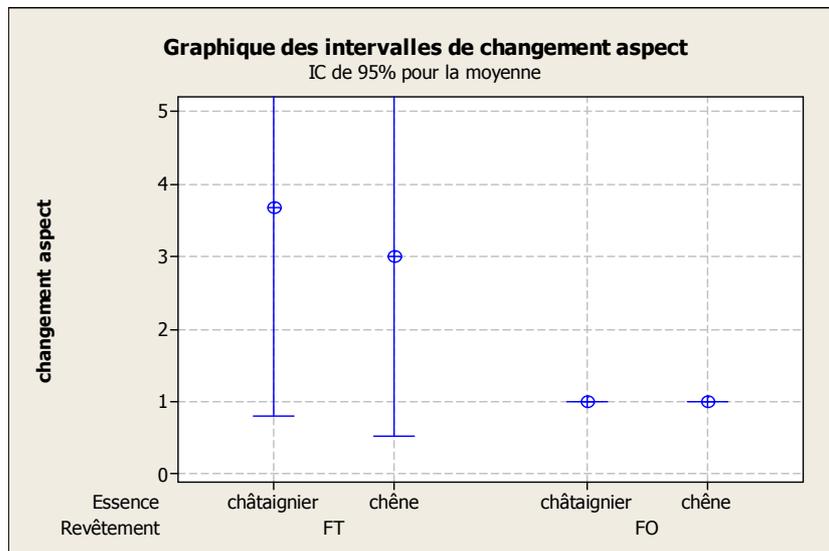


Figure 41 : Changement d'aspect de la finition transparente (FT) et de la finition opaque (FO) sur châtaignier et chêne

L'adhérence est bonne dans tous les cas (Figure 42), sauf pour la finition transparente sur châtaignier où une légère perte d'adhérence est relevée (cotation > 1).

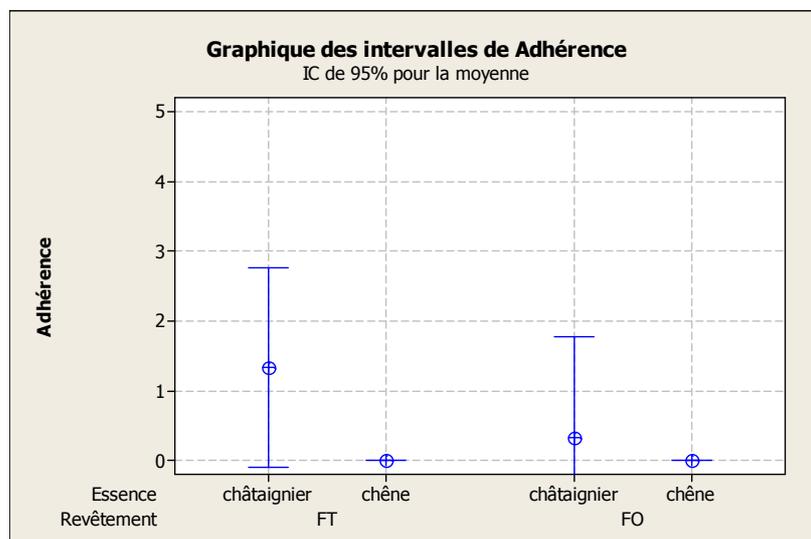


Figure 42 : Adhérence de la finition transparente (FT) et de la finition opaque (FO) sur châtaignier et chêne

Les performances des systèmes complets opaques (bloqueurs transparents et opaques recouverts de la finition opaque) sont détaillées dans les figures suivantes en comparaison de la finition opaque seule (FO).

La Figure 43 montre qu'aucun des systèmes n'a présenté de craquelage. Il n'a pas non plus été observé d'écaillage ni de cloquage.

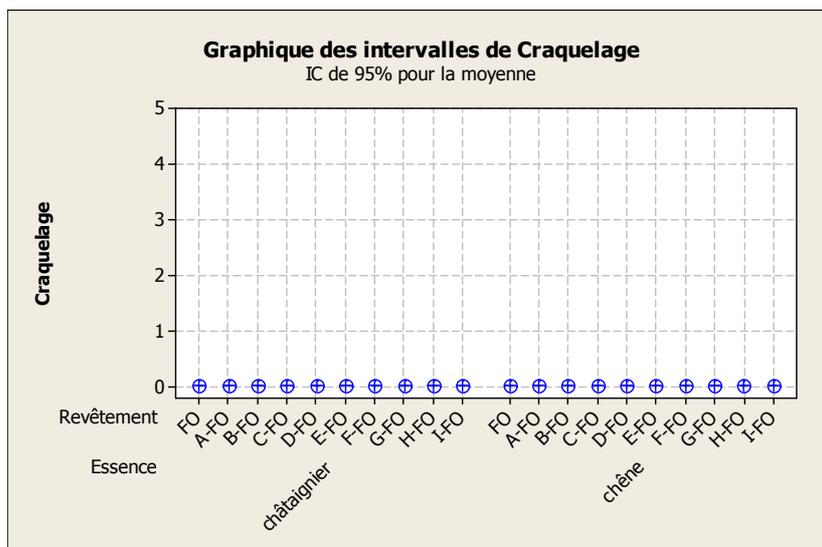


Figure 43 : Craquelage des bloqueurs revêtus de la finition opaque (FO)

Les résultats concernant le farinage sont inclus dans la Figure 44.

Sur châtaignier, le farinage est nul, voire très faible, quel que soit le bloqueur. Sur chêne, les résultats montrent que le farinage dépend du bloqueur sous la finition. Cela peut surprendre au premier abord : le farinage étant un phénomène très superficiel, et la finition étant la même sur tous les bloqueurs de la figure, on aurait pu s'attendre à un farinage identique quel que soit le bloqueur. Peut-être la présence de rayons ligneux chez le chêne (et non chez le châtaignier) génère une topographie de surface plus variable selon les bloqueurs utilisés, ainsi qu'une pénétration de la finition différente.

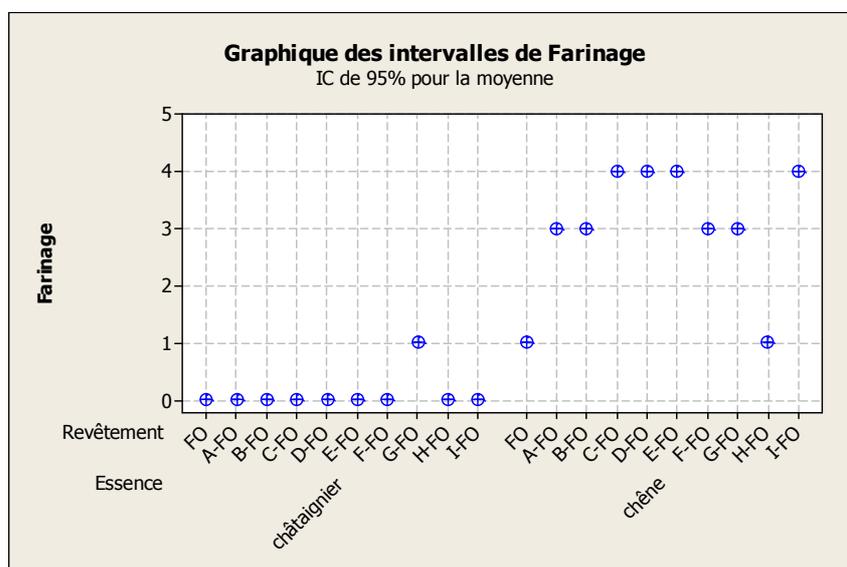


Figure 44 : Farinage des bloqueurs revêtus de la finition opaque (FO)

Le changement d'aspect global est représenté dans la Figure 45 et est faible quels que soient le système et l'essence considérés.

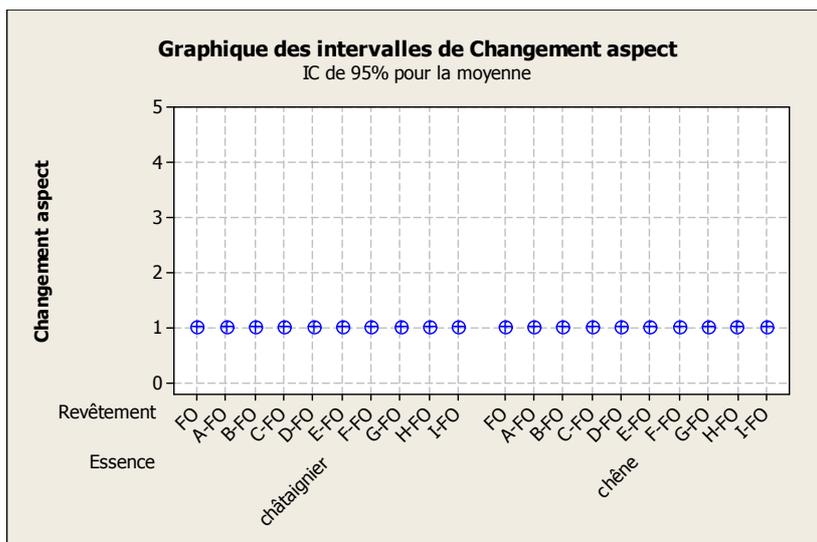


Figure 45 : Changement d'aspect des bloqueurs revêtus de la finition opaque FO

L'adhérence est bonne pour tous les systèmes comme le montre la Figure 46.

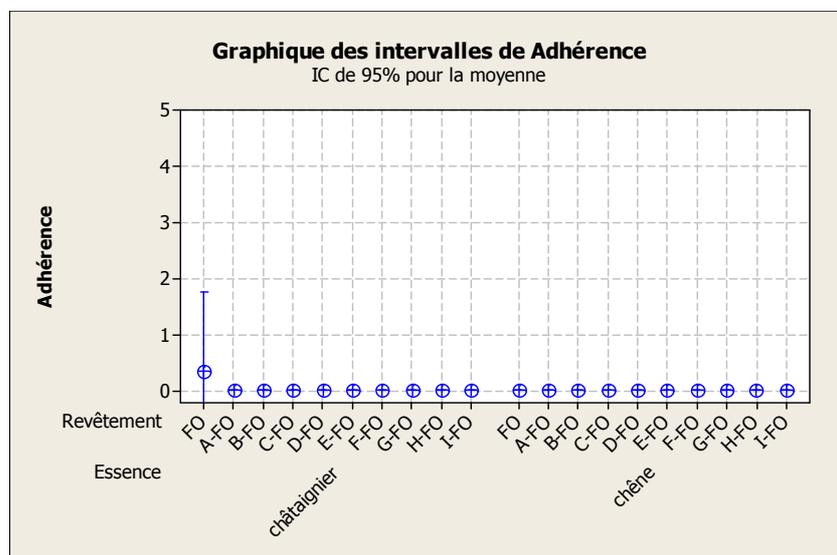


Figure 46 : Adhérence des bloqueurs revêtus de la finition opaque (FO)

Les variations de couleur générées par le vieillissement sont consignées dans la Figure 47 et la Figure 48 pour le chêne et le châtaignier respectivement. Dans les deux cas, les changements de couleur sont très faibles et difficilement perceptibles par l'œil ($\Delta E < 3$).

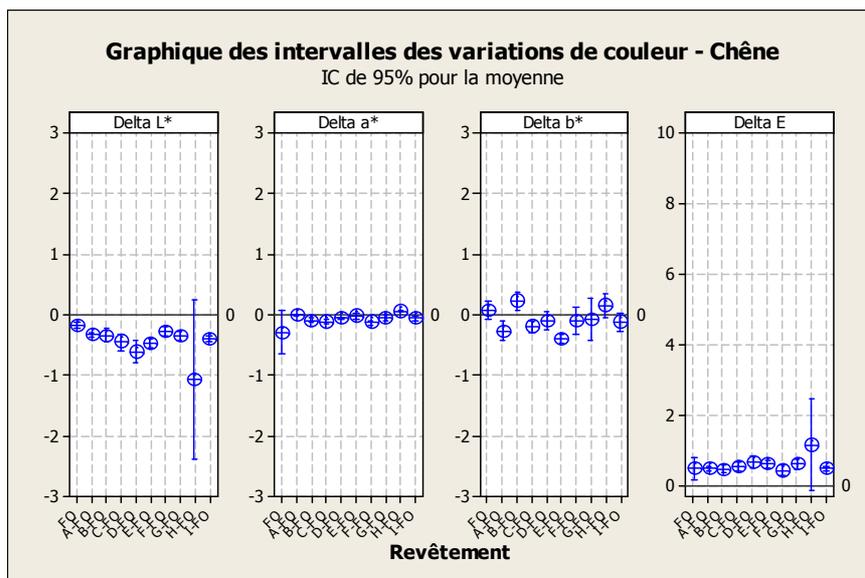


Figure 47 : Variations de couleur des bloqueurs revêtus de finition opaque (FO) -Chêne

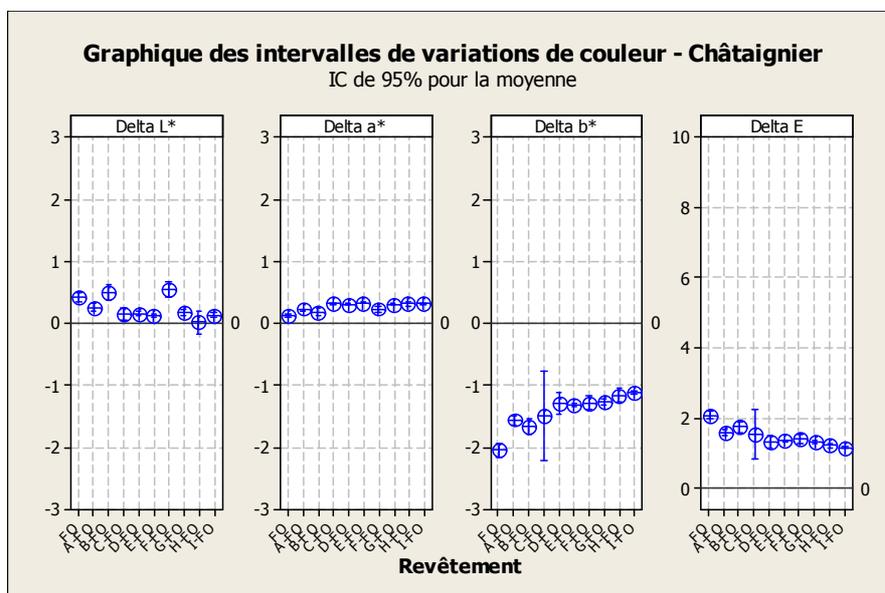


Figure 48 : Variations de couleur des bloqueurs revêtus de finition opaque (FO) –Châtaignier

Les changements de brillant sont reportés dans la Figure 49 et la Figure 50 pour le chêne et le châtaignier respectivement. La brillance initiale varie selon le bloqueur sous la finition. Elle augmente de près de 10 unités avec les bloqueurs C et I, qui sont les bloqueurs appliqués avec la plus forte épaisseur. Cette épaisseur conduit vraisemblablement à un nivellement de la surface qui apparaît plus lisse et donc plus brillante. La brillance après vieillissement (brillant final) est cependant identique quels que soient le système et l'essence.

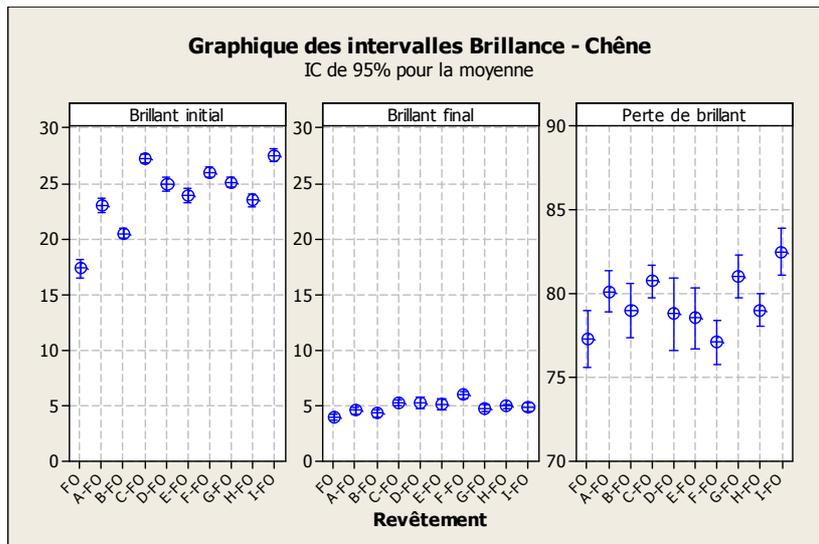


Figure 49 : Changement de brillance des bloqueurs revêtus de la finition opaque sur chêne

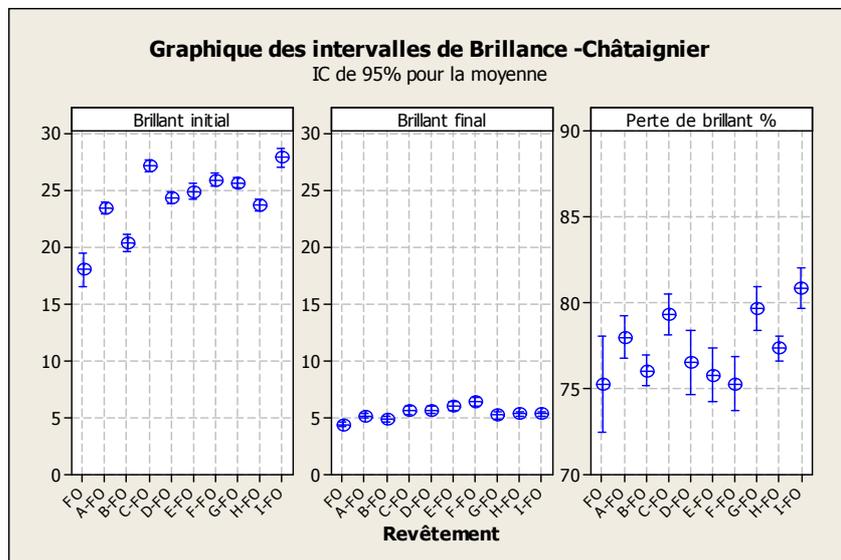


Figure 50 : Changement de brillance des bloqueurs revêtus de la finition opaque sur châtaignier

Les performances des systèmes complets transparents (bloqueurs transparents recouverts de la finition transparente) sont détaillées dans les figures suivantes en comparaison de la finition transparente seule (FT).

La Figure 51 montre que le craquelage peut être amplifié selon le bloqueur sous la finition. Sur châtaignier, le bloqueur E conduit à plus de craquelage du système complet que le bloqueur A. Il n'a pas été observé ni farinage, ni écaillage, ni cloquage.

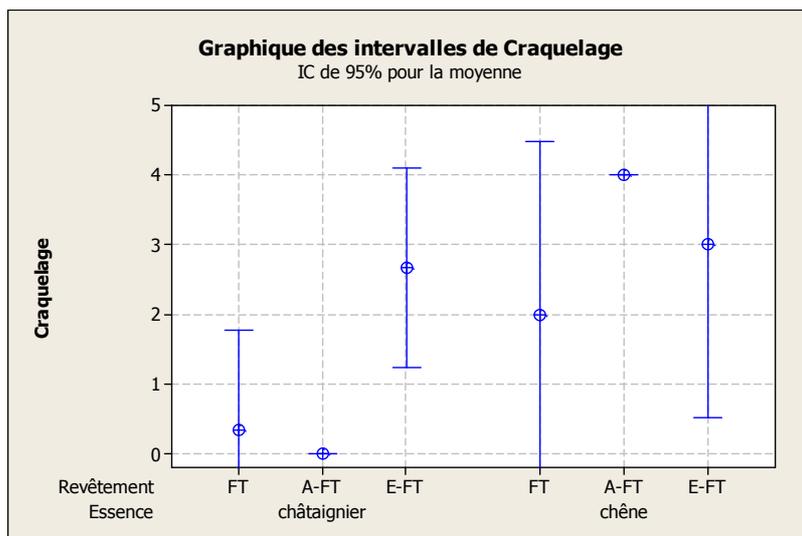


Figure 51 : Craquelage des bloqueurs revêtus de finition transparente (FT)

Le changement d'aspect est résumé à travers la Figure 52 qui montre que les deux bloqueurs A et E n'ont pas permis une amélioration significative de l'aspect général des éprouvettes qui est sensiblement le même avec et sans bloqueur.

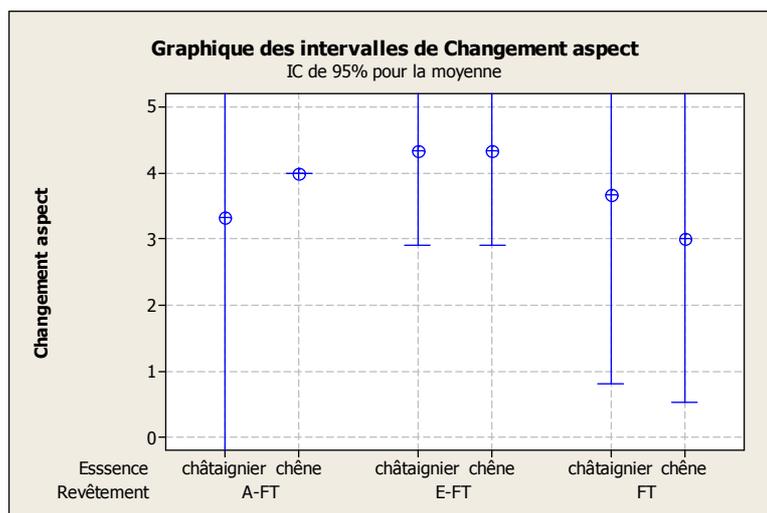


Figure 52 : Changement d'aspect des bloqueurs revêtus de la finition transparente (FT)

L'adhérence, après vieillissement, est légèrement dégradée par le bloqueur E (Figure 53).

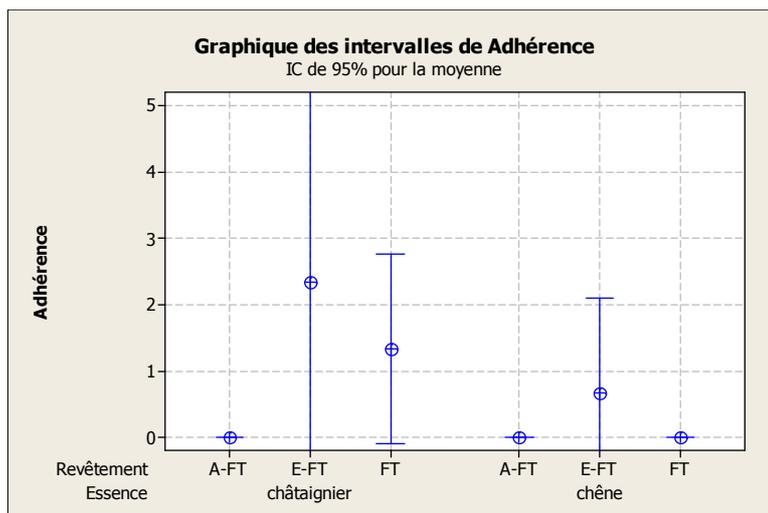


Figure 53 : Adhérence des systèmes transparents

Les variations de couleur sont détaillées dans la Figure 54 pour le chêne et dans la Figure 55 pour le châtaignier. Comme on pouvait s’y attendre, elles sont plus importantes que celles obtenues précédemment avec la finition opaque.

Sur chêne, les variations de couleur sont plus réduites lorsque le bloqueur A est appliqué sous la finition.

Les écarts totaux de couleur (ΔE) sont un peu plus élevés sur châtaignier comparativement au chêne. L’utilisation du bloqueur A réduit légèrement l’écart total de couleur du système comparativement à la finition seule (FT) et au bloqueur E revêtu de la finition FT.

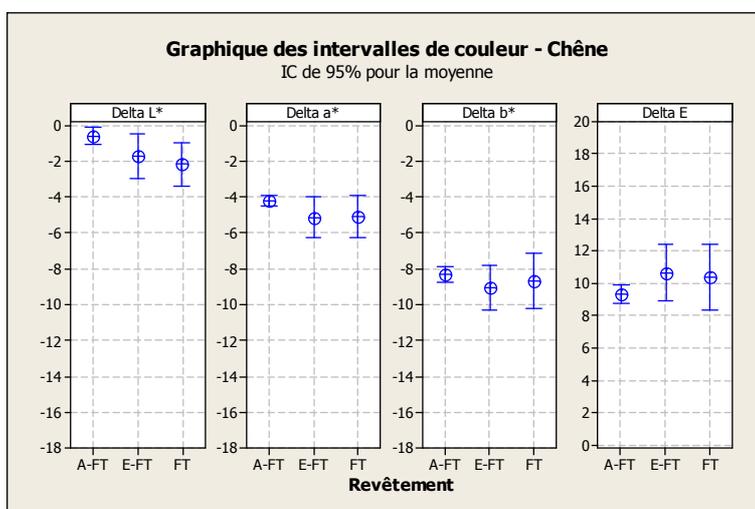


Figure 54 : Variation de couleur des systèmes transparents sur chêne

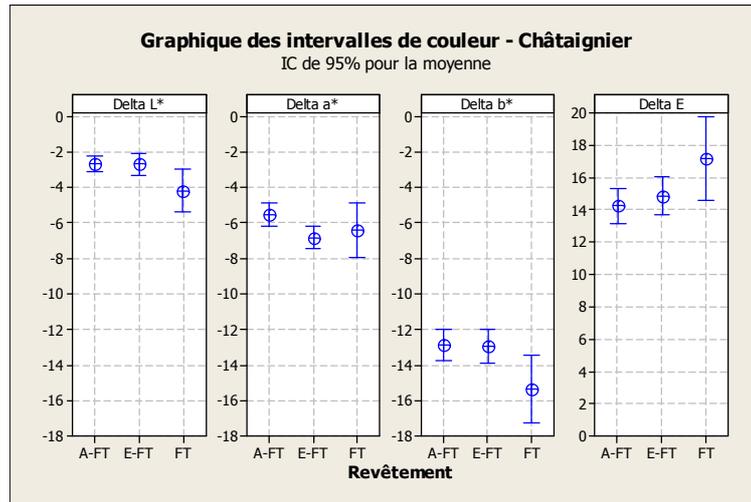


Figure 55 : Variation de couleur des systèmes transparents sur châtaignier

Les changements de brillant, consignés dans la Figure 56 et la Figure 57, montrent qu'ajouter un bloqueur augmente très légèrement le brillant initial, très certainement par un effet d'homogénéité d'épaisseur totale. Cependant après vieillissement, la brillance est similaire pour les différentes combinaisons étudiées.

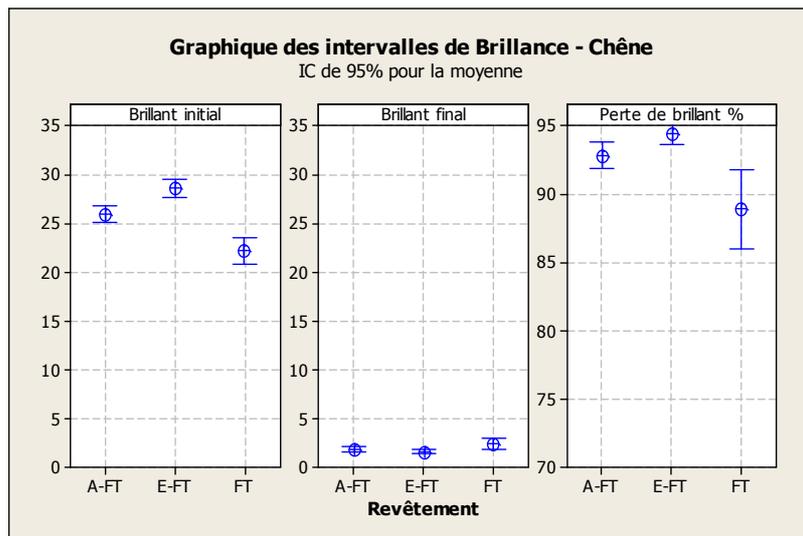


Figure 56 : Changement de brillance des systèmes transparents sur chêne

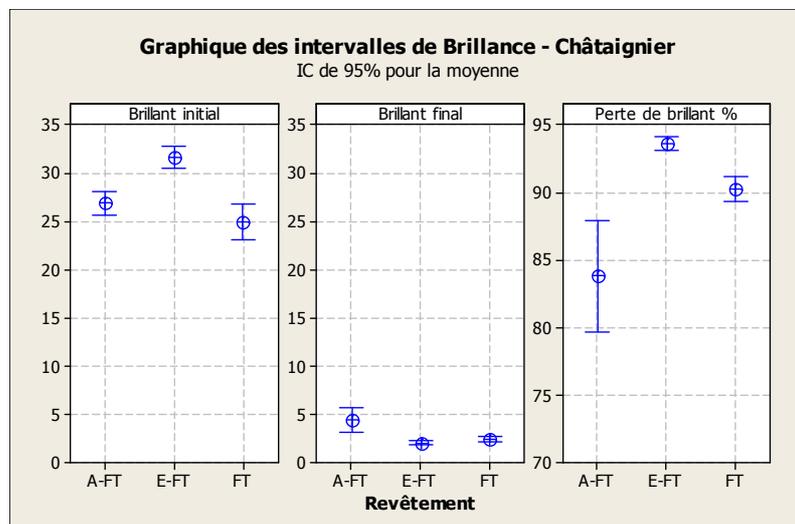
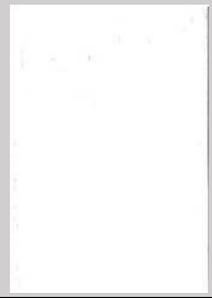
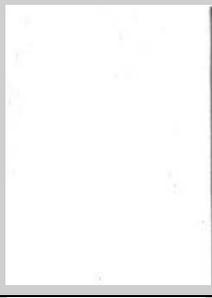
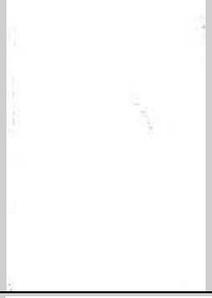


Figure 57 : Changement de brillance des systèmes transparents sur châtaignier

Le Tableau 9 et le Tableau 10 incluent respectivement pour le châtaignier et le chêne, et pour chaque revêtement, les photos des 3 échantillons exposés durant 2016 heures au vieillissement en comparaison d'un témoin non exposé. Globalement les systèmes étudiés ne montrent pas de taches de tannins dans la zone exposée au vieillissement. Seul, dans le cas du chêne (Tableau 10), la fragilité du système incluant le bloqueur B est perceptible, non pas dans la zone exposée servant aux relevés effectués, mais au sommet de l'éprouvette sur l'arête de l'échantillon où l'on distingue une coulée brunâtre parce que le revêtement s'est fissuré sur l'arête. Il est à noter que les arêtes sont toujours des zones plus fragiles pour tout revêtement (bloqueur compris) car elles induisent des changements brusques d'épaisseur du revêtement néfastes à sa durée de vie.

A titre indicatif, l'aspect du chêne et du châtaignier sans aucun revêtement est montré avant et après vieillissement dans le Tableau 13. Ce tableau montre que, comme attendu, le vieillissement impacte énormément l'esthétique du chêne et du châtaignier sans aucun revêtement protecteur, comparativement aux témoins non exposés. Le châtaignier conduit cependant à un vieillissement d'aspect plus homogène. Le rôle des rayons ligneux dans le vieillissement du chêne est de nouveau questionnable.

Tableau 9 : Photo des systèmes opaques exposés 2016 heures en comparaison d'un témoin (non vieilli) - châtaignier

Référence (Châtaignier)	Témoin	Exposés		
FO				
A-FO				
B-FO				
C-FO				

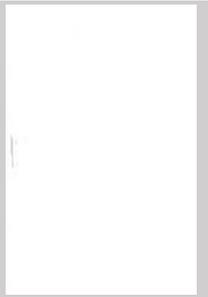
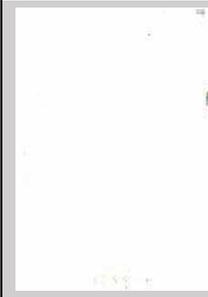
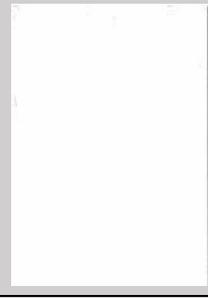
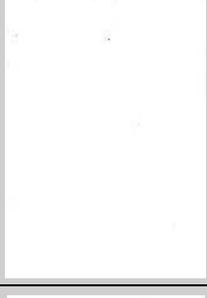
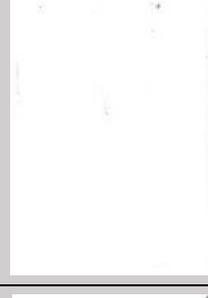
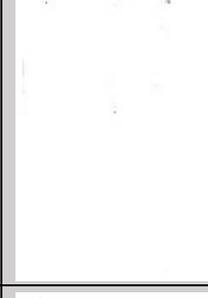
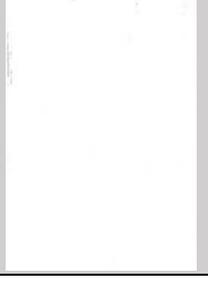
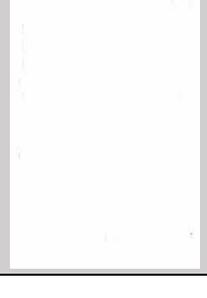
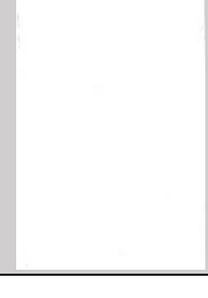
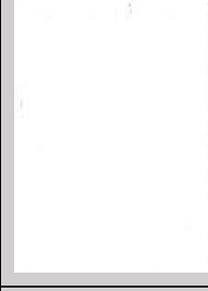
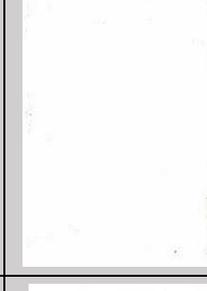
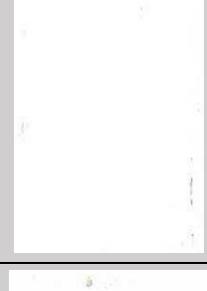
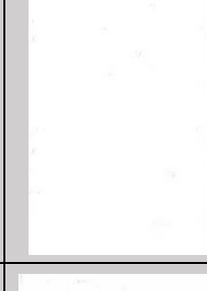
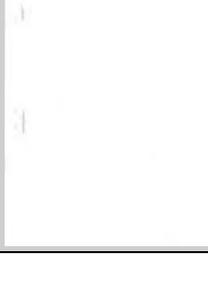
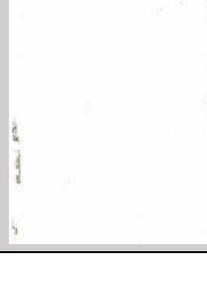
D-FO				
E-FO				
F-FO				
G-FO				
H-FO				
I-FO				

Tableau 10 : Photo des systèmes opaques exposés 2016 heures en comparaison d'un témoin (non vieilli) - chêne

Référence (Chêne)	Témoin	Exposés		
FO				
A-FO				
B-FO				
C-FO				
D-FO				

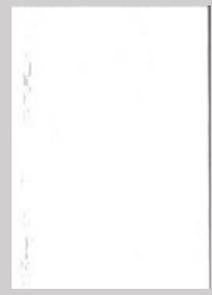
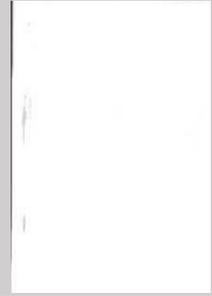
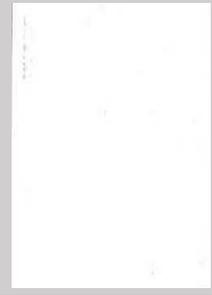
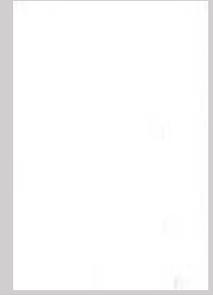
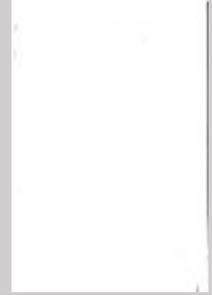
E-FO				
F-FO				
G-FO				
H-FO				
I-FO				

Tableau 11 : Photo des systèmes transparents exposés 2016 heures en comparaison d'un témoin (non vieilli) - châtaignier

Référence (Châtaignier)	Témoin	Exposés		
FT				
A-FT				
E-FT				

Tableau 12 : Photo des systèmes transparents exposés 2016 heures en comparaison d'un témoin (non vieilli) – chêne

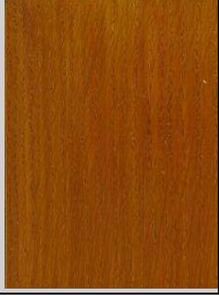
Référence (Chêne)	Témoin	Exposés		
FT				
A-FT				
E-FT				

Tableau 13 : Photo du châtaignier et du chêne sans revêtement exposés 2016 heures en comparaison d'un témoin (non vieilli)

Référence	Témoin	Exposés		
Châtaignier				
Chêne				

4.7 Conclusion

La performance de neuf produits du marché vendus comme bloqueurs de tannins a été étudiée sur échantillons de chêne et châtaignier. Un dixième produit (minéralisant transparent) a aussi été investigué puis très vite abandonné par manque de performance. Deux bloqueurs étaient transparents (revêtements A et E) et 7 étaient blancs (revêtements B, C, D, F, G, H et I). La capacité des revêtements à limiter les migrations de tannins a été évaluée à travers le test de perméabilité à l'eau liquide (NF EN 927-5), des tests d'immersion, de condensation et d'une exposition climatique cyclique (CEN TS 16498). Les essais ont permis de discriminer les différents revêtements. Les produits A, C, D, E, F, G et I ont permis d'éviter le tachage des surfaces après les essais d'immersion. Cependant, contrairement aux autres produits, le revêtement E a permis une certaine migration de tannins puisque les jus collectés à l'issue des tests étaient colorés. De nombreuses taches étaient visibles à la surface des échantillons revêtus du bloqueur B. Les jus collectés pour ce produit étaient également très colorés, même plus que ceux provenant des échantillons de chêne non revêtus. La faible performance de ce revêtement peut s'expliquer par i) la composition chimique de la formulation qui inclut peut-être certains constituants favorisant le relargage de tannins, ii) le manque de flexibilité de la résine qui conduit à la formation de fissuration lors de l'application et traduit l'incapacité de ce revêtement à former un film protecteur continu à la surface des échantillons de chêne.

Les résultats ont aussi montré qu'une faible absorption d'eau des revêtements (évaluée selon la méthode de NF EN 927-5) était indicatrice de bonnes propriétés barrière vis-à-vis des remontées de tannins.

L'étude a révélé que les tests d'immersion étaient pertinents puisqu'ils permettent d'évaluer la performance des revêtements d'une part vis-à-vis du relargage de tannins (coloration ou non des jus récoltés) et d'autre part vis-à-vis du tachage ou non des surfaces humidifiées.

Les essais de perméabilité à l'eau liquide et d'immersion se sont montrés concluants pour évaluer les performances des bloqueurs.

Dans le cas de bloqueurs transparents, il est parfois difficile d'apprécier le tachage des surfaces via les différentes méthodes d'essais. L'examen des jus (après immersion et perméabilité à l'eau) est alors préconisé pour une meilleure appréciation de la performance du bloqueur. Une mesure de la couleur de ces jus permettrait peut-être une meilleure quantification de l'effet bloquant.

Le Tableau 14 récapitule leurs principales propriétés et performances.

Tableau 14 : Récapitulation des performances des bloqueurs

Bloqueur	Couleur du bloqueur	Aspect du chêne revêtu	Epaisseur sèche du film (µm)	Absorption d'eau (g/m ²)	Ecart de couleur après immersion	Couleur des jus	Ecart de couleur après condensation	Performance
Bois Brut	/	/	/	583	=	jaune	=	
A	transp.	=	23	337	=	transp.	=	+
B	blanc	+ foncé présence de craquelures	48	748	++ taches	jaune +	++ surface + foncée	-
C	blanc	=	81	220	=	transp.	=	+
D	blanc	=	58	350	=	transp.	=	+
E	transp.	=	13	640	+	jaune	+	~
F	blanc	=	66	129	=	transp.	=	+
G	blanc	=	47	262	=	transp.	=	+
H	blanc	légèrement + foncé et quelques craquelures	44	259	+ taches	transp.	+ surface + foncée	-
I	blanc	=	80	269	=	transp.	=	+

5. QUALIFICATION DE BLOQUEURS DE TANNINS INDUSTRIELS

5.1 Matériels et méthodes

En complément des 10 bloqueurs approvisionnés par FCBA, du chêne brut ainsi que du chêne revêtu en conditions industrielles chez 2 industriels (1 et 2) ont également été testés. Le Tableau 15 récapitule les informations techniques des bloqueurs évalués (un blanc et 2 transparents).

Tableau 15 : Informations techniques relatives aux différents revêtements industriels

Bloqueur	Aspect	Epaisseur sèche [µm]
Blanc 1	Opaque Blanc	140
Transp 1	Transparent	60
Transp 2	Transparent	80

Des essais de perméabilité à l'eau liquide, de condensation ainsi que l'exposition climatique cyclique ont été effectués afin d'évaluer les performances de ces bloqueurs et de tester la pertinence des méthodes développés sur d'autres types de bloqueurs.

5.2 Perméabilité à l'eau

L'absorption d'eau des 3 bloqueurs ainsi que des 2 témoins de chêne brut est représentée sur la Figure 58.

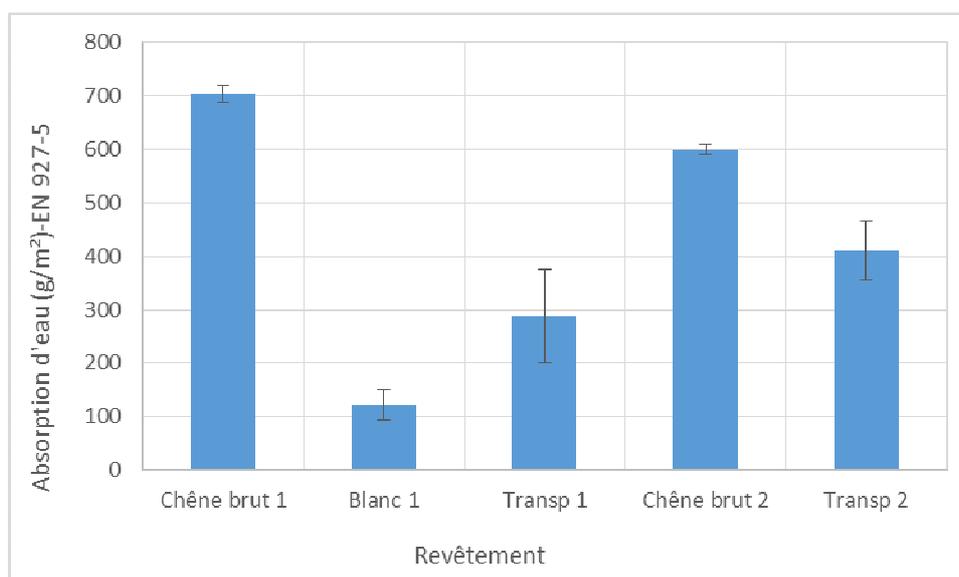


Figure 58 : Absorption d'eau des éprouvettes de chêne brutes et revêtues (EN 927-5)

L'absorption d'eau des 2 chênes bruts est supérieure à celle mesurée pour les précédents essais (paragraphe 4.1) et est plus importante pour le chêne brut 1, par rapport au chêne brut 2. En fonction de la provenance du chêne (et du débit de découpe), les absorptions d'eau peuvent varier. Il sera donc important, lors de la qualification de bloqueurs de tannins, de bien comparer les absorptions mesurées à celles du chêne d'un même lot et avec les mêmes débits de découpe.

La Figure 59 facilite la comparaison des performances des bloqueurs en présentant leur efficacité hydrofuge (cf § 4.1.1). Elle montre que les performances de ces trois bloqueurs se situent dans trois classes différentes. Le bloqueur le plus hydrofuge est le Blanc 1 (classe 4). Le bloqueur Transp 1 est en classe 3 alors que le Transp 2 est en classe 2.

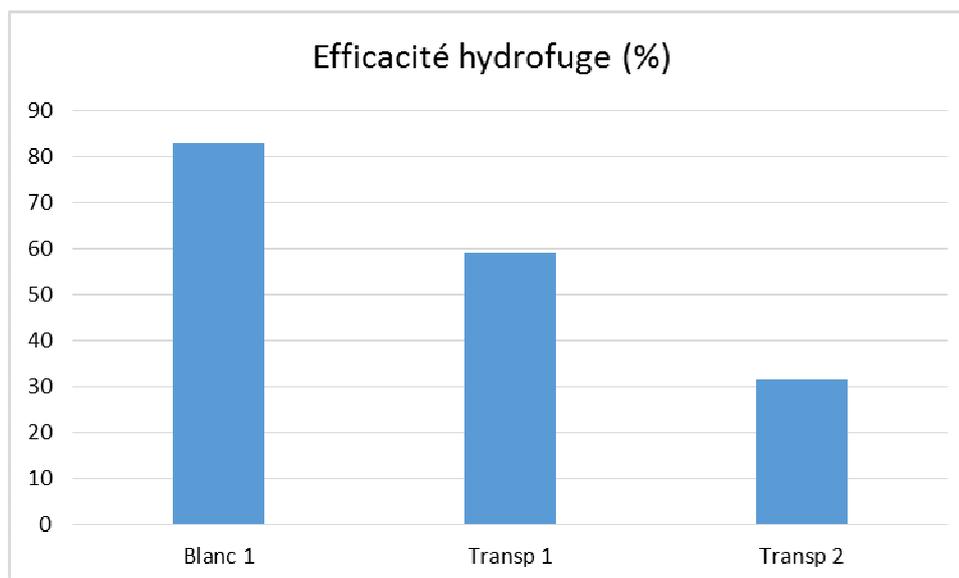


Figure 59 : Efficacité hydrofuge des bloqueurs industriels

Les jus de perméabilité des éprouvettes de chêne non revêtues ont été collectés et sont visibles sur la Figure 60. Elle montre une différence notable de couleur qui peut peut-être s'expliquer par différentes provenances du chêne, croissances, saisons d'abattage, durées de stockage après sciage, etc.

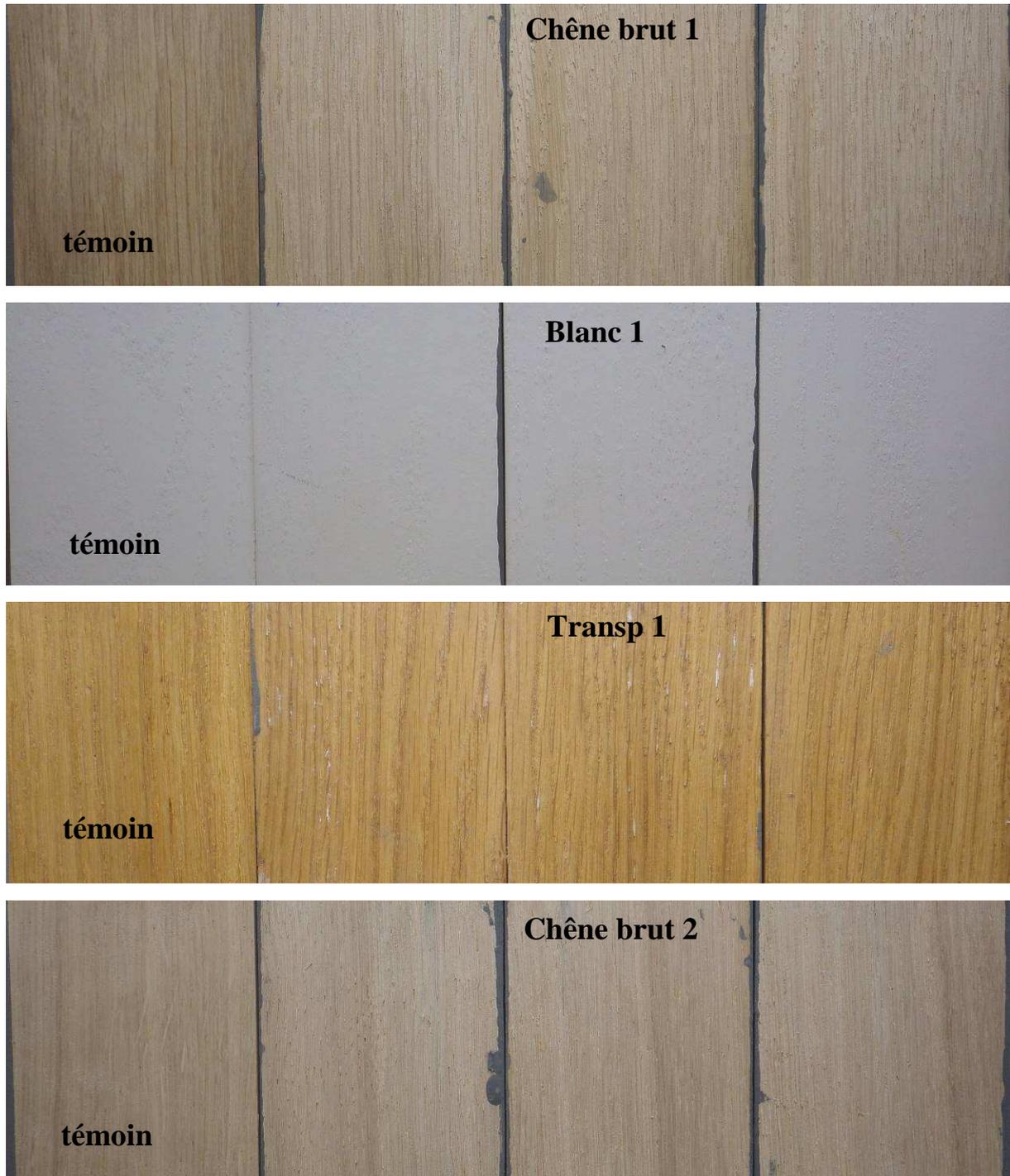


Figure 60 : Jus récupérés après le test de perméabilité des éprouvettes de chêne 1 et 2 (non revêtues)

L'absorption d'eau est bien diminuée dans le cas des 3 configurations où le chêne a été revêtu. Le bloqueur Blanc 1, qui a été appliqué à une épaisseur plus importante que pour les bloqueurs transparents présente l'absorption la plus faible. Aucune tache n'est visible après essai sur les différents revêtements et les jus récoltés sont tous incolores.

5.3 Test de condensation

L'aspect des éprouvettes avant et après le test de condensation est regroupé sur la Figure 61.



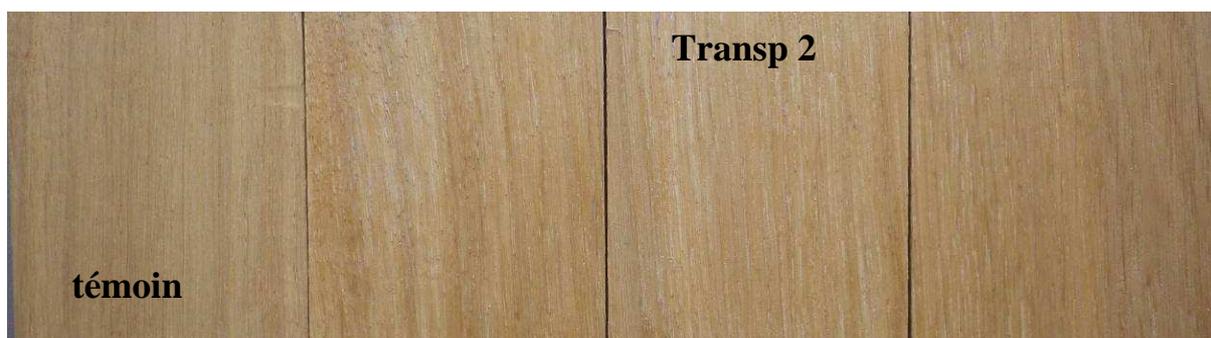


Figure 61 : Epreuves de chêne revêtues avec les 3 bloqueurs industriels avant (témoin) et après test de condensation

Aucune tache ou dégradation n'est observée sur les échantillons après essai excepté pour les revêtements transparents 1 et 2 où des zones blanches sont visibles. Un décollement du revêtement a pu se produire suite à une infiltration de vapeur d'eau sous celui-ci.

Les écarts de couleur des surfaces avant et après l'essai de condensation sont répertoriés dans le Tableau 16 qui inclut également les changements de couleur engendrés par les autres modes de sollicitation (essai de perméabilité NF EN 927-5 et exposition climatique de XP CEN/TS 16498. Les écarts de couleur mesurés sont plus importants pour le chêne brut 1 (ΔE de 5,21) et le revêtement transparent 2 (ΔE de 3,55). D'une manière globale, l'exposition climatique provoque des changements de couleur plus importants que les autres modes de sollicitation.

Tableau 16 : Ecart de couleur ΔE avant et après test de perméabilité, d'immersion et d'exposition climatique cyclique

Revêtement	ΔE		
	Perméabilité	Condensation	Exposition climatique
Chêne brut 1	6,01	5,21	7,53
Blanc 1	0,07	0,12	2,68
Transp 1	1,49	0,87	12,37
Chêne brut 2	2,70	2,27	5,49
Transp 2	2,68	3,55	9,03

5.4 Test selon la norme XP CEN/TS 16498

Les échantillons de chêne, revêtus et non revêtus, ont été exposés au cycle climatique de la norme expérimentale XP CEN/TS 16 498 (Figure 62).



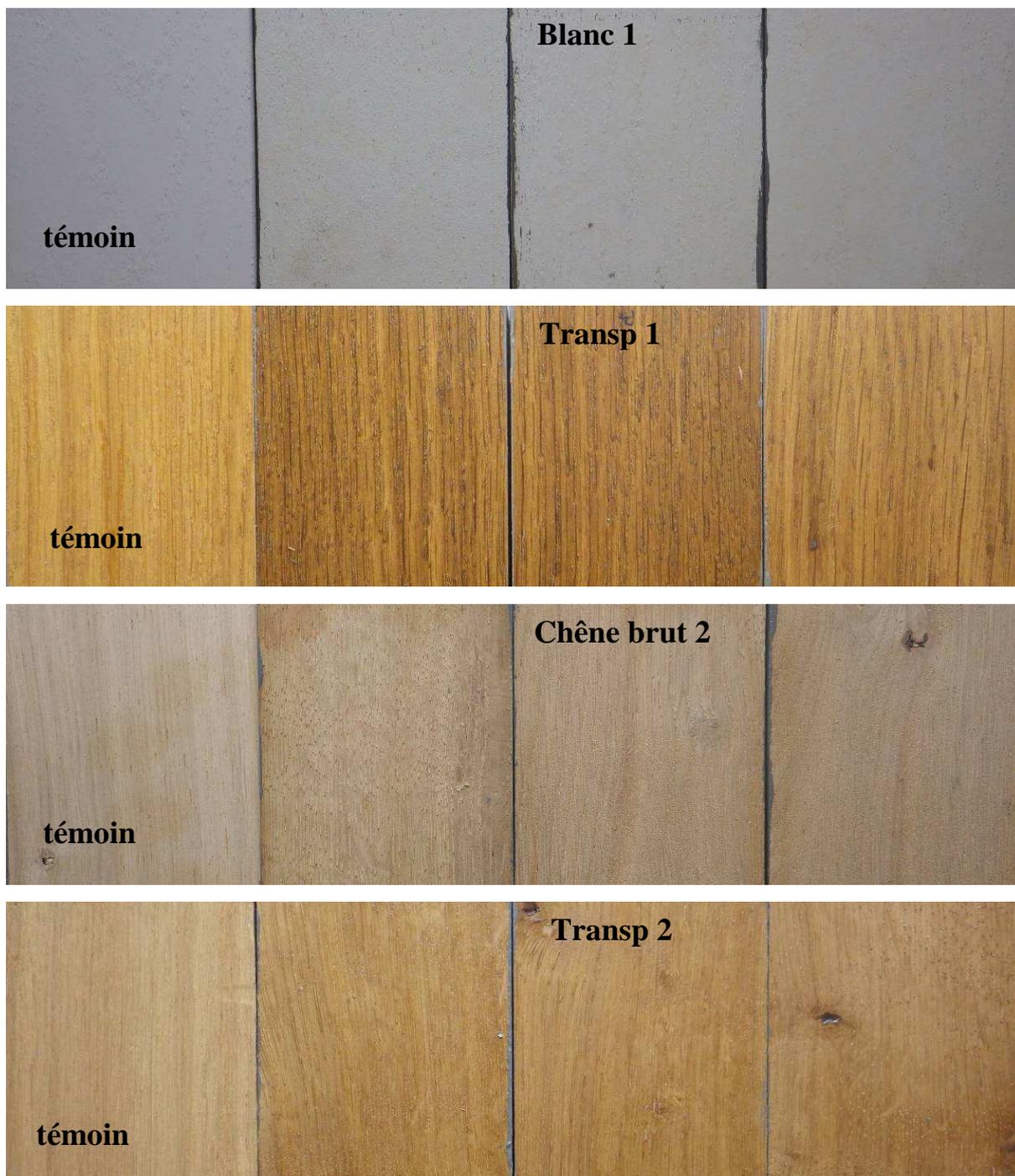


Figure 62 : Eprovettes de chêne revêtues avec les 3 bloqueurs industriels avant (témoin) et après exposition cyclique climatique

Le chêne brut (1 et 2) est plus foncé après exposition, tout comme pour les bloqueurs transparents 1 et 2. Le bloqueur Blanc 1 ne présente pas de défauts visibles à l'œil nu.

Les variations de couleurs sont plus marquées après cette exposition climatique cyclique que pour les 2 autres types d'essai (Tableau 16).

6. NETTOYAGE DE SURFACES TACHEES PAR LES TANNINS

Le nettoyage de surfaces, revêtues ou non, et préalablement tachées a été effectué. Différentes surfaces ont été nettoyées avec différentes solutions :

- chêne brut
- chêne revêtu du bloqueur blanc B
- chêne revêtu du bloqueur transparent E

Le nettoyage de la surface de l'éprouvette se fait par application d'une éponge imbibée par la solution à évaluer.

Le Tableau 17 décrit les différentes solutions testées, choisies pour leurs propriétés blanchissantes, leur disponibilité sur le marché ainsi que pour leur facilité de préparation (dissolution d'un seul composé, ou liquide directement disponible dans le commerce).

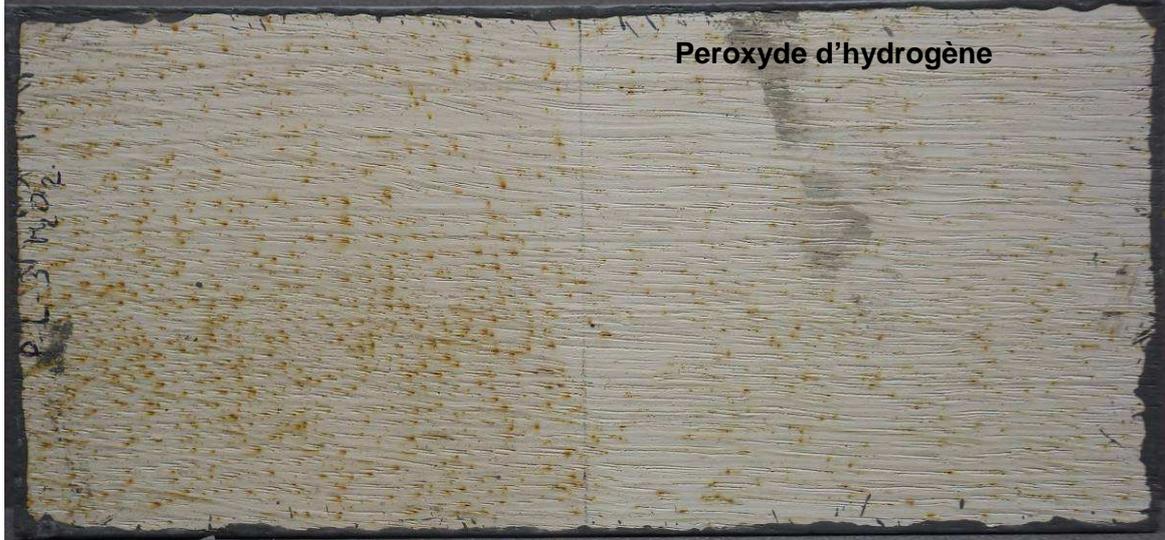
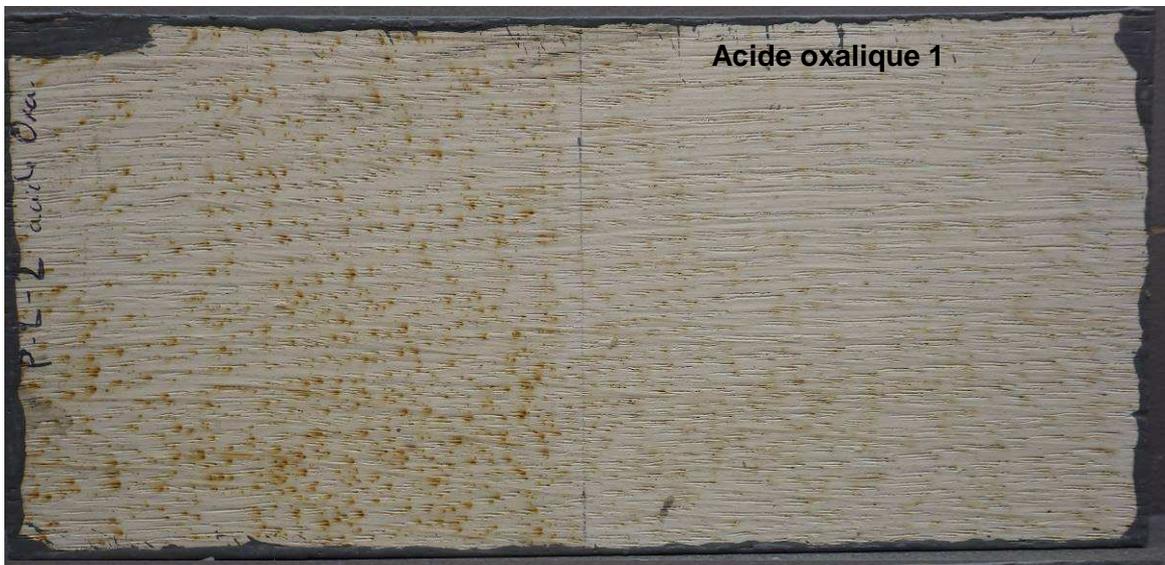
Tableau 17 : Description des différentes solutions de nettoyage

Solution de nettoyage	Concentration de la solution
Eau de Javel	15%
Bicarbonate de soude	50 g/L
Acide oxalique (concentration 1)	31 g/L
Peroxyde d'hydrogène à 30%	10%
Oxone®	10 g/L
Acide oxalique (concentration 2)	100 g/L

Bloqueur blanc B : éprouvettes tachées par le test de perméabilité à l'eau liquide, le test d'immersion ou le test de condensation

La Figure 63 présente les éprouvettes de chêne revêtues par le bloqueur B après test de perméabilité à l'eau (ou d'immersion pour l'oxone®). Après ces essais, les éprouvettes présentent de nombreuses taches et le « fond » blanc est également plus foncé. La partie droite de chacune de ces éprouvettes a été nettoyée à l'aide de différentes solutions.





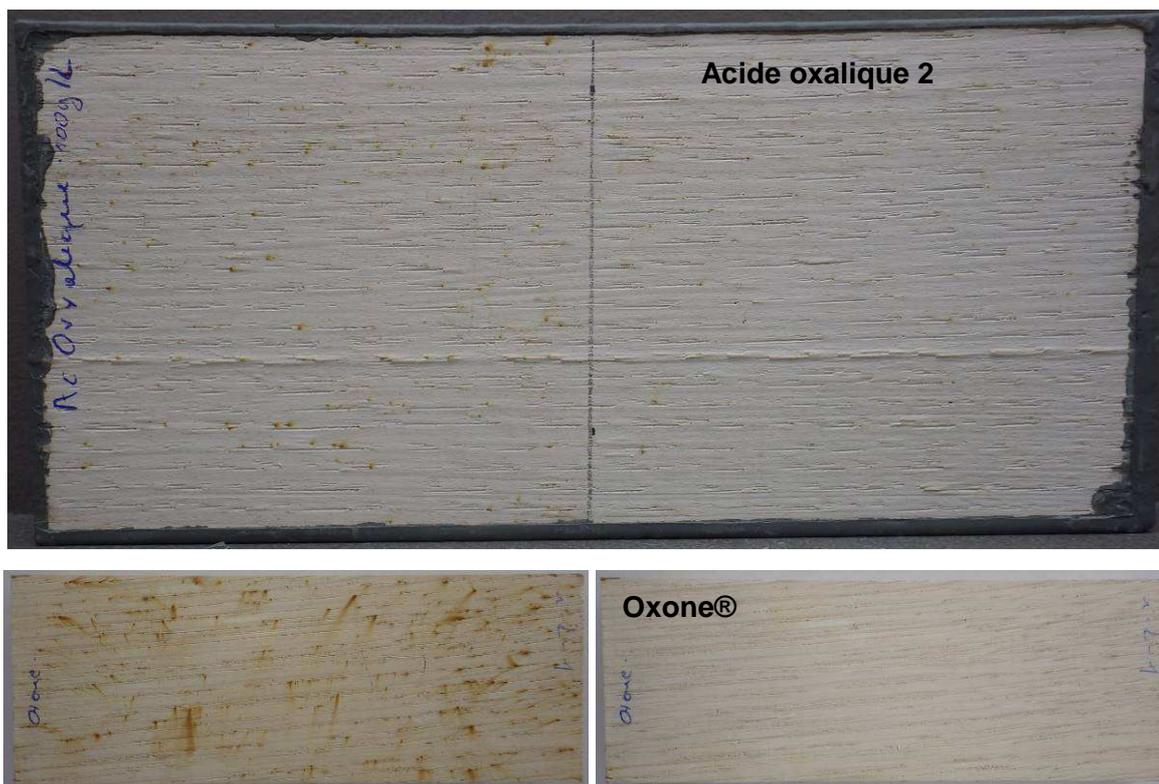


Figure 63 : Epreuves de chêne revêtues par le bloqueur blanc B après test de perméabilité à l'eau ou d'immersion et nettoyées (côté droit de l'éprouvette) à l'aide de différentes solutions

Excepté pour le peroxyde d'hydrogène, les 5 autres solutions testées permettent de diminuer l'intensité des taches. L'augmentation de la concentration en acide oxalique améliore le nettoyage, cependant l'éprouvette utilisée pour l'essai avec la plus forte concentration présentait initialement moins de taches. Seuls l'eau de Javel et l'oxone® permettent de faire disparaître complètement les taches. L'eau de Javel semble être le produit le plus adapté pour le nettoyage de ce type de surface tachée, car elle permet un nettoyage complet : toutes les taches sont enlevées et le « fond » blanc est récupéré.

Des essais avec de l'eau seule ont également été effectués (Figure 64). Elle ne permet pas de nettoyer correctement les taches. Cependant en augmentant le pH, par ajout de soude, ce nettoyage est amélioré. En effet comme vu précédemment les tannins sont plus solubles dans un milieu alcalin.

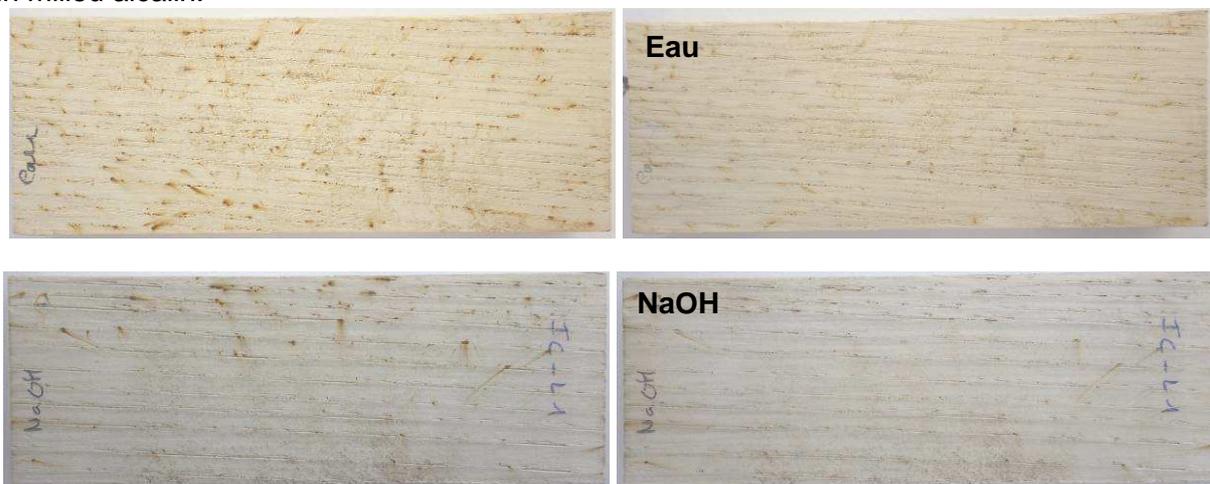


Figure 64 : Epreuves de chêne revêtues par le bloqueur blanc B après test d'immersion et nettoyées (côté droit de l'éprouvette) à l'aide de différentes solutions

Les éprouvettes, tachées par le test de condensation, présentaient des surfaces différentes de ce qui était obtenu après les tests avec de l'eau liquide (test de perméabilité et test d'immersion). Dans le premier cas, les éprouvettes étaient tachées sur toute la surface de manière assez homogène : un brunissement de la surface était observé. Dans le second, de nombreuses petites taches étaient visibles, couplées à un brunissement général de la surface. Le nettoyage de ces taches a été effectué avec uniquement l'eau de Javel et l'acide oxalique à la plus forte concentration (Figure 65).



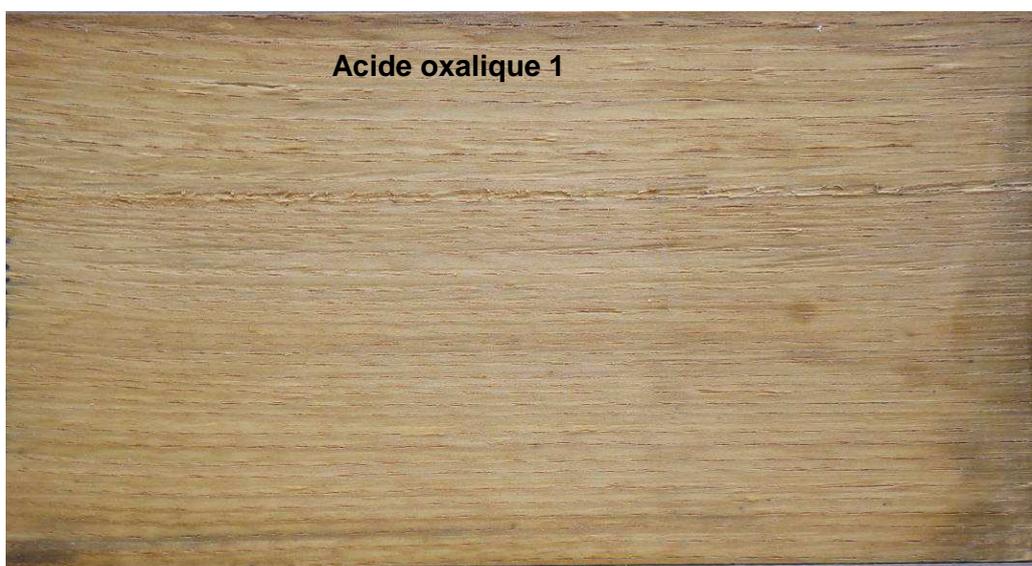
Figure 65 : Eprouvettes de chêne revêtues par le bloqueur blanc B après test de condensation et nettoyées (côté droit de l'éprouvette) à l'aide de différentes solutions

Dans les deux cas, les taches sont atténuées, d'autant plus pour la Javel. Cependant l'aspect initial des éprouvettes n'est pas retrouvé. Les tannins sont peut être en partie localisés à l'interface entre le bois et le revêtement et donc non atteignable par la solution de nettoyage.

Bloqueur transparent E : éprouvettes tachées par le test de condensation

Comme vu dans le chapitre 4, les éprouvettes revêtues avec les finitions transparentes ne présentaient pas de taches après les essais de perméabilité à l'eau et d'immersion. En revanche pour les tests de condensation, certaines taches étaient visibles (Figure 31) après

l'essai. Les éprouvettes tachées après ce test ont donc été nettoyées sur toute leur surface avec les différentes solutions décrites dans le Tableau 17.



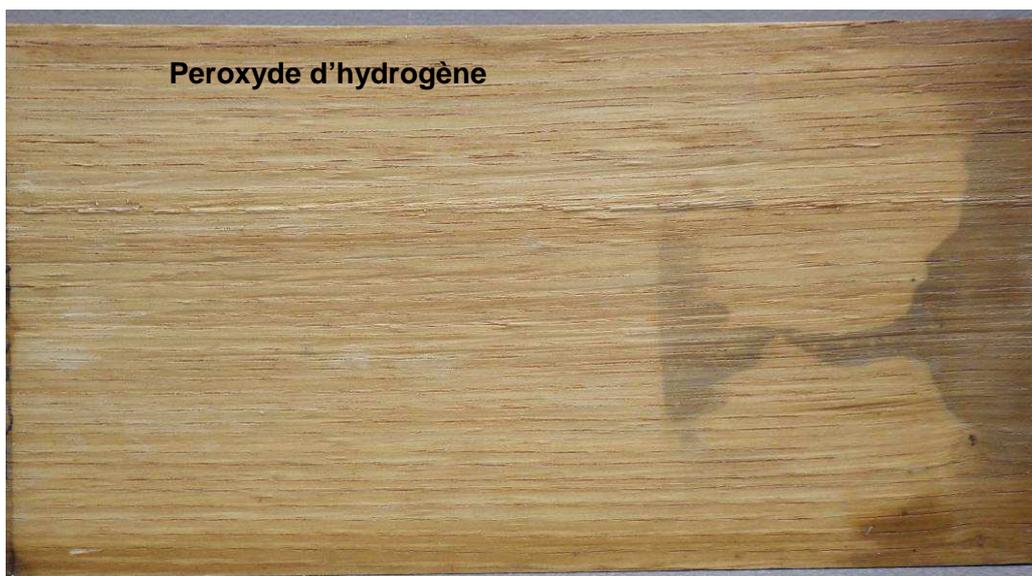


Figure 66 : Eprouvettes de chêne revêtues par le bloqueur transparent E après test de condensation et nettoyées à l'aide de différentes solutions

Aucune des solutions testées ne permet d'enlever ou même de diminuer l'intensité des taches présentes (Figure 66). Les taches semblent localisées entre le bois et le revêtement, ce qui pourrait expliquer que la solution de nettoyage appliquée ne puisse les atteindre.

Chêne brut :

Des taches de tannins ont été réalisées en surface des éprouvettes de chêne par 2 méthodes :

- trempage des éprouvettes dans de la soude
- dépose de gouttes d'eau chaude, suivi d'un séchage à l'étuve à 100 °C

Les éprouvettes de chêne trempées dans la soude présentent une zone noirâtre (dégradation du bois), correspondant à la zone immergée (Figure 67). Au-dessus de celle-ci un front de migration est observé.

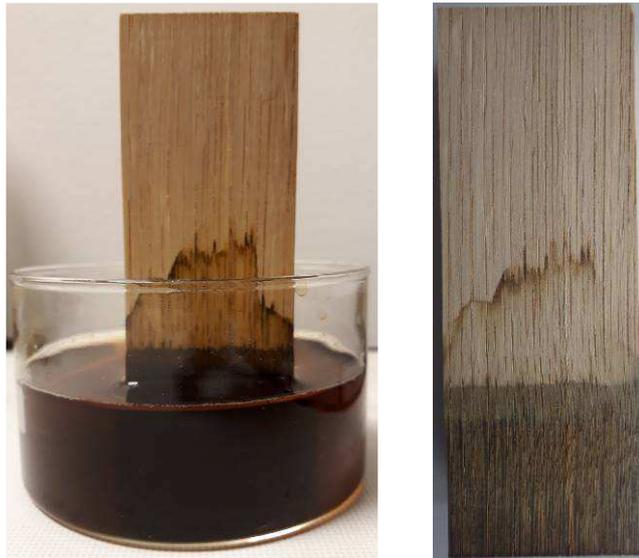
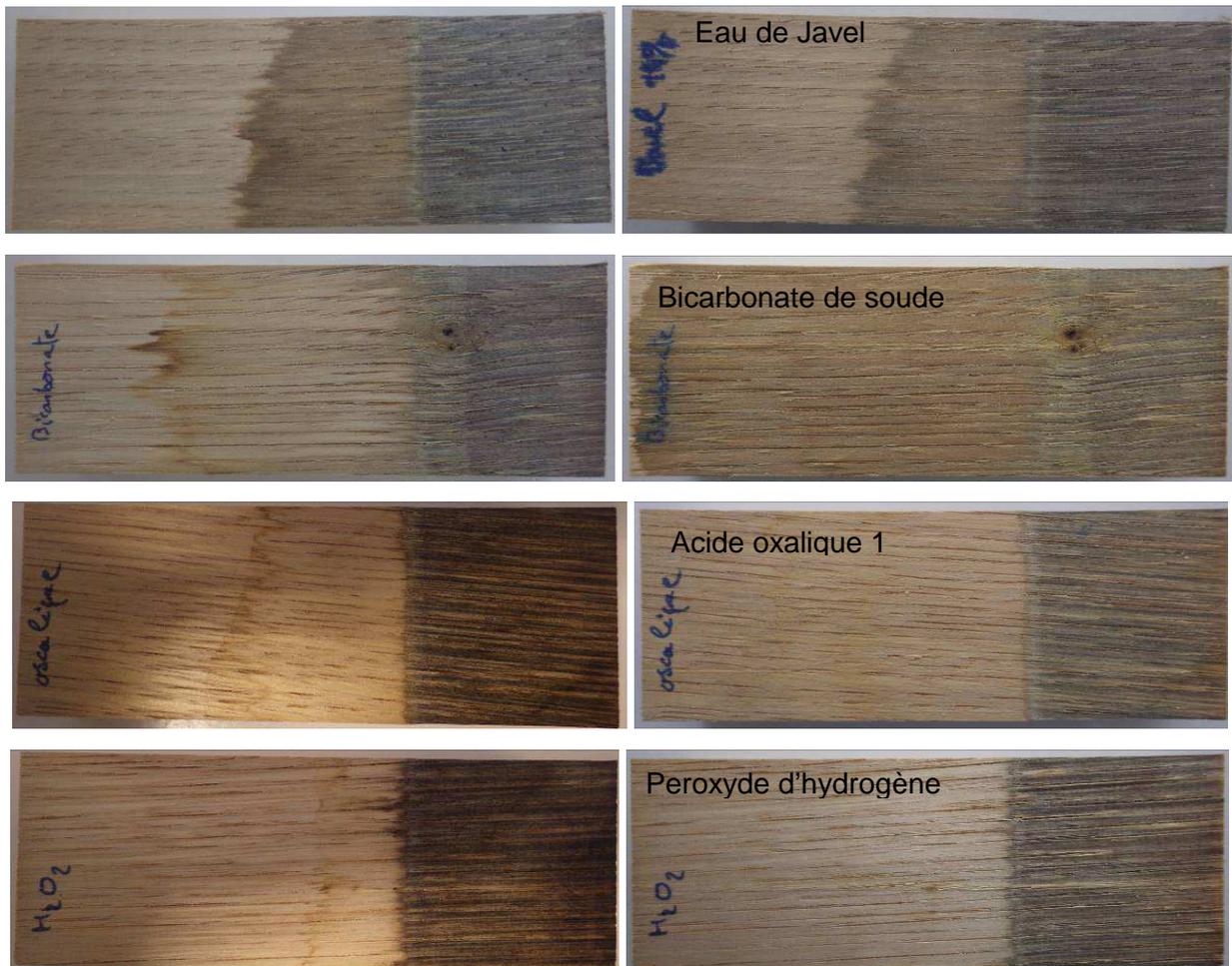


Figure 67 : Epreuve de chêne trempée dans de la soude

Les échantillons préalablement tachés par de la soude ont été nettoyés par différentes solutions (Figure 68).



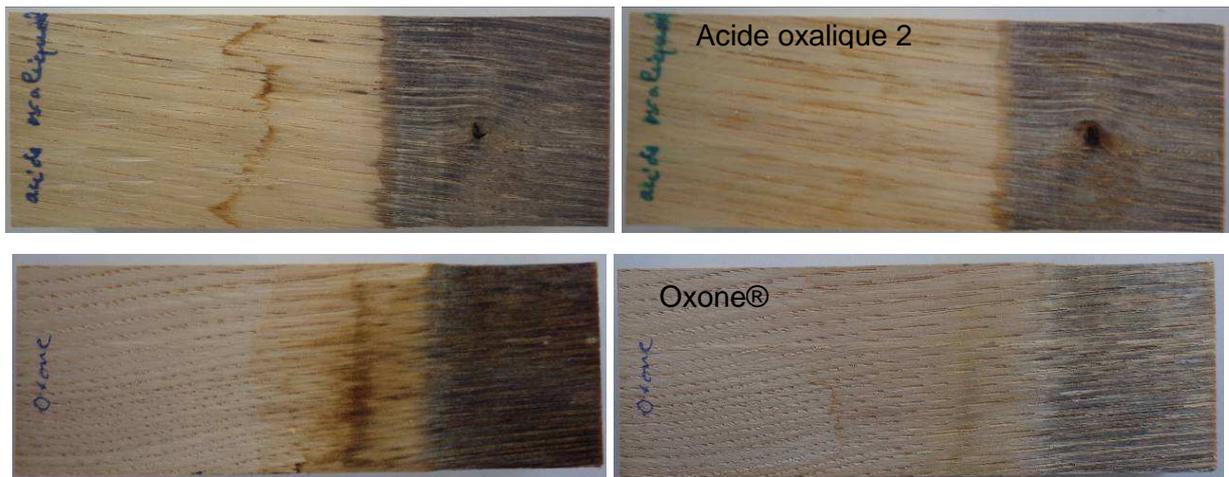


Figure 68 : Epreuves de chêne tachées par trempage dans la soude avant (à gauche) et après nettoyage (à droite) avec différentes solutions

Pour toutes les solutions testées, la partie noirâtre du bois n'est jamais complètement éliminée. Concernant le front de migration celui-ci est considérablement atténué pour l'acide oxalique, le peroxyde d'hydrogène et l'oxone®. En revanche la Javel et le bicarbonate de soude ne semble avoir que peu d'effet sur ce type de tache. Le bicarbonate de soude dégrade même encore plus le bois, en le fonçant.

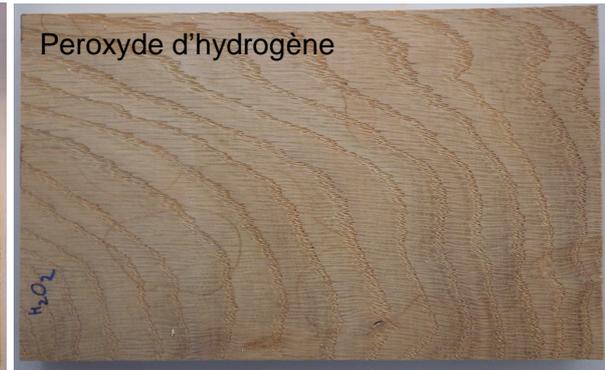
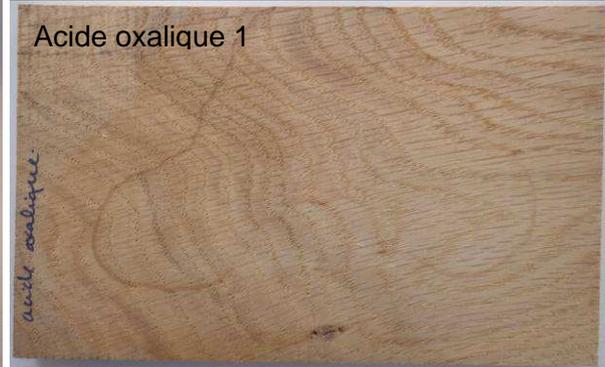
La dépose de gouttes d'eau chaude en surface d'épreuves de chêne brut, suivie de leur séchage, permet de faire migrer des tannins à la périphérie de la zone de dépose des gouttes (Figure 69).



Figure 69 : Epreuves tachées par dépôt de gouttes d'eau

Les différentes épreuves tachées ont été nettoyées avec les différentes solutions (Figure 70).





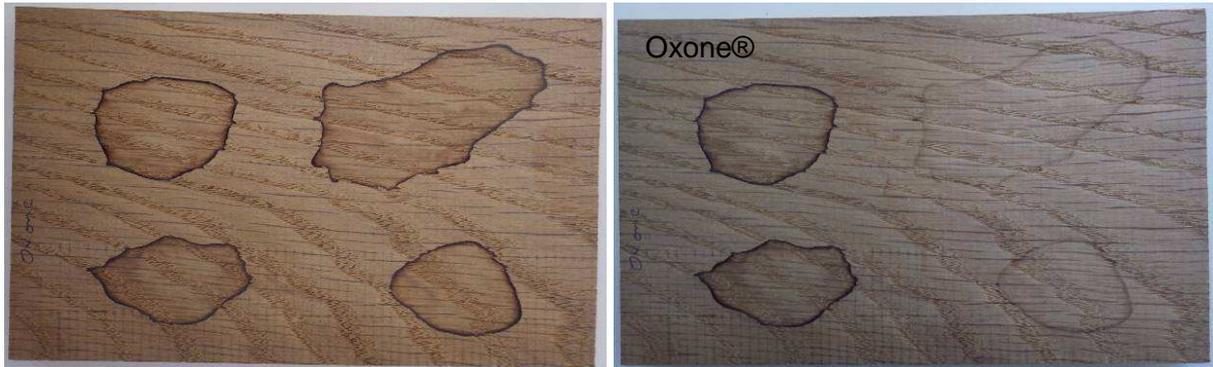


Figure 70 : Eprouvettes de chêne tachées par dépose de gouttes d'eau avant (à gauche) et après nettoyage (à droite) avec différentes solutions

Le bicarbonate dégrade encore plus la surface de l'éprouvette. La solution est en effet à pH basique (8,5) ce qui conduit certainement à la dissolution de composés en surface du bois. Les 5 autres solutions permettent d'atténuer les taches mais aucune ne permet de complètement les éliminer.

En conclusion, la gestion des taches peut se résumer ainsi:

- ⇒ Autant que possible, éviter les remontées de tannins en service car les taches sont ensuite difficiles à nettoyer ;
- ⇒ Avant toute utilisation de produit de nettoyage, faire un essai préalable sur une petite surface ;
- ⇒ Après l'essai préalable, appliquer la solution de nettoyage sur toute la surface de la pièce en bois, même sur les zones non tâchées afin d'homogénéiser les couleurs ;
- ⇒ En fonction de la surface tachée, la solution la plus efficace est différente : eau de Javel pour les surfaces peintes blanches, acide oxalique ou oxone® pour le bois brut (non recouvert de finition) ;
- ⇒ Aucune des solutions testées n'a permis le nettoyage de surfaces peintes à l'aide d'un bloqueur transparent.

7. INFLUENCE DES EXSUDATIONS DE TANNINS SUR LA DURABILITE DU CHENE ET DU CHATAIGNIER

L'étude bibliographique menée en début de projet ayant montré que la perte d'extractibles est préjudiciable à la durabilité naturelle des essences, la résistance du chêne et du châtaignier aux champignons basidiomycètes lignivores a été évaluée avant et après exsudation d'extractibles.

La détermination de la durabilité naturelle vis-à-vis des champignons lignivores basidiomycètes de chacune des deux essences a été réalisée selon les spécifications de la norme européenne EN 350-1 « Durabilité naturelle du bois massif - Guide des principes d'essais » et de la norme expérimentale européenne CEN TS/15083-1 « Détermination de la durabilité naturelle du bois massif vis-à-vis des champignons lignivores - Méthodes d'essai. Partie 1 : Basidiomycètes ». Les résultats, exprimés en perte de masse après 16 semaines d'exposition aux champignons, permettent de déterminer la classe de durabilité naturelle.

Afin d'estimer le rôle protecteur joué par les tannins hydrosolubles du bois, l'essai de durabilité naturelle a été réalisé à l'état initial et après réalisation de deux épreuves de délavage :

- Le délavage selon la norme EN 84, habituellement utilisée pour estimer l'impact potentiel des intempéries sur les bois traités par des produits de préservation et destinés à un usage extérieur. Ce vieillissement consiste en une imprégnation initiale d'eau sous vide des éprouvettes traitées, suivie d'une immersion dans l'eau pendant 14 jours. Ce type de vieillissement est adapté pour simuler une exposition permanente à l'eau, c'est-à-dire en classe d'emploi 4¹.

- Le délavage dénommé « shower test » : les éprouvettes sont aspergées quotidiennement avec 2 litres d'eau. Ce test est réalisé sur une période de 14 jours. Ce type de vieillissement est adapté pour simuler une exposition aux intempéries, c'est à dire une situation en classe d'emploi 3².

Afin de disposer d'une première approche sur les effluents chargés en tannins, le pH des eaux récoltés dans les essais ci-dessus a été mesuré. L'impact de ces effluents sur la croissance fongique a également été évalué.

7.1 Matériels et méthodes

Pour cet essai, les éprouvettes de bois testées ont été découpées aux dimensions 50x25x15 mm. Les éprouvettes sont issues de planches provenant systématiquement d'au moins 3 billons pour une bonne représentativité de l'essai. Pour le chêne, 5 planches ont été utilisées. Pour le châtaigner, 10 planches ont été utilisées.

¹ NF EN 84 (1997): Produits de préservation du bois. Epreuves de vieillissement accéléré des bois traités avant essais biologiques. Epreuve de délavage.

² Havermans et al, 1993. The shower test method: a leaching test for assessing preservative losses from treated timber under simulated open storage conditions. The international research group on wood preservation. IRG/WP 93-50001.

7.1.1 Délavage selon la norme EN 84

Les éprouvettes de bois sont imprégnées sous vide à l'eau puis immergées pendant 14 jours, en effectuant au total 9 changements d'eau. Les effluents chargés en tannins obtenus suite aux trois premiers changements d'eau sont conservés à -20°C.

7.1.2 Délavage « shower test »

Les éprouvettes de bois sont placées sur une grille horizontalement et aspergées quotidiennement avec 2 litres d'eau, durant 14 jours. Les effluents chargés en tannins obtenus suite aux trois premières aspersion d'eau sont conservés à -20°C.

7.1.3 Durabilité naturelle

L'évaluation de la résistance du chêne et du châtaigner avant et après exsudation des tannins est réalisée sur les deux souches de champignons de la norme CEN/TS 15083 – 1³ : *Coniophora puteana* (CP) et *Coriolus (Trametes) versicolor* (CV). La mise en présence des éprouvettes avec les champignons se fait dans des bocaux en verre, contenant des cultures de champignons âgées de moins de 4 semaines. Après 16 semaines d'exposition en enceinte climatique, un calcul de la perte de masse occasionnée par le développement du champignon sur le bois est réalisé. Puis le pourcentage de perte de masse sèche des éprouvettes est utilisé pour évaluer la durabilité du bois soumis à essai selon le schéma décisionnel suivant :

Classe de durabilité	Description	Perte de masse médiane (%)
1	Très durable	≤ 5
2	Durable	>5 et ≤ 10
3	Moyennement durable	>10 et ≤ 15
4	Peu durable	>15 et ≤ 30
5	Non durable	>30

7.1.4 Influence des lixiviats sur la croissance de champignons

Le pH des effluents conservés après les deux délavages testés ont été mesurés. Les effluents ont également été dilués au 1/50ème dans du milieu de culture pour évaluer leur effet sur la croissance de deux champignons en boîte de Pétri : *Coriolus versicolor* et *Ceratocystis pilifera*.

7.1.5 Influence des lixiviats sur les daphnies

Afin de connaître l'impact environnemental des lixiviats de chêne et de châtaigner, leur effet sur les daphnies *Daphnia magna* a été étudié selon la ligne directrice 202 de l'OCDE, dans des conditions statiques. Les daphnies sont de petits crustacés couramment utilisés en écotoxicologie pour étudier la qualité de l'eau.

Le principe de l'essai consiste à exposer durant 48 heures de jeunes daphnies à la substance d'essai (ici les lixiviats de chêne et de châtaigner) à différentes concentrations. L'immobilisation

³ CEN/TS 15083 – 1 : Durabilité du bois et des matériaux dérivés du bois – Détermination de la durabilité naturelle du bois massif vis-à-vis des champignons lignivores, méthode d'essai – Partie 1 : Basidiomycètes.

des daphnies est enregistrée après 24 heures et 48 heures et comparée à des valeurs de contrôle.

La concentration qui immobilise 50% des daphnies exposées à chaque lixiviat après 48 heures est rapportée comme CE_{50-48h}. La détermination de la concentration qui immobilise 50% des daphnies exposées à chaque lixiviat après 24 heures (CE_{50-24 h}) est facultative selon la ligne directrice OCDE 202 mais a été déterminée ici.

Les lixiviats testés sont décrits dans le Tableau 18 et le Tableau 19 pour le chêne et le châtaignier respectivement. Ils proviennent de l'immersion durant une journée d'un volume de bois à 12% de teneur en humidité immergé dans 5 volumes d'eau.

Tableau 18 : Lixiviat de chêne testé

Nom échantillon	Lixiviat de CHENE produit par un jour d'immersion dans l'eau selon EN 84
Référence FCBA	17/1044R1
Composition	lixiviat
Fabricant	FCBA Laboratoire de Biologie
Etat	Liquide jaune foncé

Tableau 19 : Lixiviat de châtaignier testé

Nom échantillon	Lixiviat de CHATAIGNER produit par un jour d'immersion dans l'eau selon EN 84
Référence FCBA	17/1044R2
Composition	Lixiviat
Fabricant	FCBA Laboratoire de Biologie
Etat	Liquide jaune

L'élément de référence est le suivant:

Nom	Composition	Numéro CAS	Fournisseur*	Numéro de lot*	Pureté*
Dichromate de potassium	K ₂ Cr ₂ O ₇	7778-50-9	SIGMA ALDRICH	MKBV0900 V	99,8%

*Données fournies par le fournisseur

Les daphnies utilisées, *Daphnia magna Straus*, clone numéro 5, d'au moins la troisième génération ont été obtenues avec une reproduction de parthénogénèse non cyclique.

L'élevage des daphnies a été réalisé dans des bouteilles fermées placées dans une enceinte climatique exempte de toute vapeur toxique. Les daphnies utilisées dans cette expérimentation ont été préalablement filtrées pour obtenir des animaux d'une taille comprise entre 560 µm et 800 µm (correspondant à des daphnies de moins de 24 heures).

L'élément d'essai testé (lixiviat) a été dissous directement avec le milieu d'essai des daphnies.

Le milieu d'essai dans lequel vivent les daphnies a été préparé à partir de solutions mères concentrées dans de l'eau ultrapure comme décrit dans la ligne directrice OCDE.

La composition de l'eau de dilution est la suivante:

Eléments	Concentration (mg/L)
CaCl ₂ 2H ₂ O	294,0
MgSO ₄ , 7H ₂ O	123,2
NaHCO ₃	63,0
KCl	5,50

Les jeunes daphnies ont donc été exposées directement à 6 concentrations de chaque lixiviat sur une période de 48 heures dans des conditions statiques. L'immobilisation a été enregistrée à 24 heures et 48 heures et comparée aux valeurs témoins. Le test a été réalisé dans des conditions statiques, ce qui signifie que les solutions de test n'ont pas été renouvelées à 24h.

Les solutions ont été préparées en ajoutant directement les lixiviats dans des tubes contenant le milieu d'essai des daphnies.

Les six concentrations sont les suivantes : 5% - 10% - 20% - 40% - 80% et 100% avec chaque lixiviat.

Les caractéristiques de l'eau de dilution figure dans le Tableau 20 et le détail des concentrations dans le Tableau 21.

Tableau 20 : Eau de dilution

Numéro de lot	7/15061708	7/22061701
pH	7,6	7,8
Dureté (mg/L of CaCO ₃)	235	260
O ₂ dissous (mg/L)	9,3	9,2

Tableau 21 : Concentrations testées

Concentrations (%)	5	10	20	40	80	100
Lixiviat (mL)	0,5	1	2	4	8	10
Volume final d'essai (mL)	10	10	10	10	10	10

Chaque test contenait un total de 21 ou 28 tubes à essai en verre comme suit:

- Contrôle: 3 ou 4 répétitions
- Concentration 5%: 3 ou 4 répétitions
- Concentration 10%: 3 ou 4 répétitions
- Concentration 20%: 3 ou 4 répétitions
- Concentration 40%: 3 ou 4 répétitions
- Concentration 80%: 3 ou 4 répétitions
- Concentration 100%: 3 ou 4 répétitions

Chaque tube à essai en verre contenait 10 mL de solution d'essai et 5 daphnies; ils ont été recouverts pour éviter l'évaporation et les dépôts de poussière.

Le test a été effectué dans l'obscurité entre 18 et 22 ° C mais constant à ± 1 ° C. Les daphnies n'ont pas été nourries pendant la période d'essai.

Les observations de la mobilité des daphnies ont été effectuées après 24 et 48 heures d'exposition à l'élément d'essai, sans renouvellement des solutions d'essai à 24h.

Tous les signes de stress observés sur les daphnies après 48 heures d'exposition ont été relevés.

Le pH et l'oxygène dissous ont été mesurés au début et à la fin de l'essai pour chaque solution d'essai (y compris le témoin).

Les valeurs de CE_{50} pour chaque temps d'observation (24 et 48 heures) ont été évaluées à partir des données brutes d'immobilisation obtenues avec le logiciel Minitab 16.2.4.

7.2 Résultats

7.2.1 Durabilité naturelle

↳ **Sans usure**

Les résultats obtenus pour le chêne et le châtaigner sans usure sont présentés dans le Tableau 22 et le Tableau 23.

Tableau 22 : Résultats pour le chêne vis-à-vis des champignons CP et CV, sans usure.
 REF = référence ; PCI = poids conditionné initial ; PSI = poids sec initial ; PHF = poids humide ;
 PSF = poids sec final. Les pertes de masse sont exprimées en pourcentage de la masse sèche
 initiale (PSI)

Champignon	n° planche	REF	PCI avant usure (g)	PCI après usure (g)	PSI (g)	Humidité initiale (% m/m)	PH (g)	PSF (g)	Humidité finale (% m/m)	Humidité moyenne (%m/m)	Perte de masse (% m/m)	Perte de masse médiane (%m/m)	Perte de masse médiane (%m/m)
CP	1	61	12,86		11,51	11,74	15,49	11,61	33,47	30,58	0,00	0,70	1,06
		62	12,93		11,58	11,71	15,89	11,68	36,07		0,00		
		63	13,36		11,97	11,63	15,98	11,87	34,67		0,86		
		64	13,01		11,65	11,66	15,75	11,56	36,24		0,78		
		65	15,11		13,53	11,64	17,86	13,45	32,76		0,62		
	66	13,09		11,72	11,65	16,04	11,62	37,95	0,85				
	67	13,05		11,69	11,65	14,75	11,56	27,67	1,11				
	68	13,28		11,89	11,65	15,00	11,76	27,52	1,12				
	69	13,72		12,28	11,72	15,58	12,15	28,26	1,05				
	70	12,72		11,38	11,82	14,65	11,29	29,74	0,79				
	71	12,90		11,56	11,62	14,99	11,43	31,14	1,08				
	72	12,60		11,27	11,80	14,54	11,15	30,41	1,06				
	73	14,46		12,99	11,37	16,58	12,82	29,35	1,29				
	74	15,43		13,83	11,55	17,78	13,77	29,13	0,42				
	75	14,67		13,18	11,28	16,56	12,87	28,67	2,38				
	76	15,09		13,57	11,16	17,09	13,27	28,82	2,26				
	77	14,26		12,82	11,18	15,45	11,53	33,95	10,07				
	78	14,49		13,02	11,28	16,56	12,45	33,02	4,39				
	79	14,14		12,71	11,26	16,30	12,56	29,75	1,20				
	4	80	14,54		13,05	11,35	16,74	12,80	30,74		1,94		
81		15,21		13,68	11,20	17,33	13,46	28,77	1,58				
82		14,96		13,44	11,30	16,46	12,68	29,77	5,65				
83		14,69		13,19	11,40	16,81	13,05	28,85	1,05				
84		15,05		13,52	11,30	17,41	13,23	31,57	2,12				
5	85	13,66		12,25	11,51	15,55	12,18	27,68	0,59				
	86	13,58		12,21	11,21	15,47	12,14	27,42	0,57				
	87	12,97		11,64	11,40	14,76	11,57	27,58	0,62				
	88	14,26		12,82	11,26	16,17	12,70	27,34	0,90				
	89	14,66		13,17	11,32	16,95	13,05	29,86	0,92				
90	13,89		12,50	11,10	15,83	12,24	29,31	2,05					
CV	1	121	12,65		11,40	10,98	15,39	10,96	40,52	33,50	3,90	2,79	2,43
		122	12,70		11,44	11,05	15,43	11,09	39,08		3,05		
		123	12,99		11,68	11,20	14,83	11,39	30,22		2,53		
		124	12,84		11,56	11,14	15,88	11,06	43,54		4,29		
		125	12,97		11,67	11,16	15,87	11,39	39,30		2,34		
	126	12,98		11,66	11,26	15,88	11,44	38,87	1,94				
	127	12,49		11,21	11,36	14,72	11,00	33,78	1,88				
	128	11,84		10,63	11,35	13,93	10,44	33,41	1,78				
	129	13,48		12,14	11,09	15,58	11,92	30,70	1,80				
	130	12,67		11,40	11,19	15,31	11,22	36,47	1,56				
	131	13,69		12,31	11,18	15,85	12,07	31,28	1,95				
	132	12,77		11,44	11,60	14,96	11,23	33,21	17,71				
	133	15,29		13,65	12,01	17,75	13,49	31,63	0,67				
	134	15,11		13,58	11,28	16,90	12,84	31,67	0,73				
	135	14,38		12,93	11,18	16,34	12,48	30,89	4,19				
	136	14,49		13,03	11,18	16,48	12,46	32,33	11,34				
	137	15,60		14,05	11,04	18,11	13,80	31,24	0,00				
	138	14,44		13,02	10,89	16,95	12,75	32,91	6,19				
	139	15,11		13,59	11,19	17,31	13,09	32,23	0,00				
	140	13,57		12,21	11,10	16,23	11,96	35,76	2,12				
141	13,30		11,97	11,08	15,65	11,81	32,53	1,37					
142	13,96		12,60	10,86	16,27	12,04	35,12	4,40					
143	14,51		13,04	11,24	16,53	12,70	30,17	2,63					
144	14,33		12,90	11,06	16,36	12,45	31,46	3,51					
145	14,38		12,95	10,99	15,97	12,44	28,40	3,99					
146	14,96		13,46	11,09	17,05	13,05	30,71	3,11					
147	13,12		11,82	11,00	15,78	11,64	35,50	1,54					
148	14,68		13,22	11,08	17,03	12,61	35,01	4,58					
149	13,19		11,89	10,98	14,85	11,55	28,59	2,84					
150	14,30		12,86	11,28	16,21	12,63	28,39	1,76					

Tableau 23 : Résultats pour le châtaigner vis-à-vis des champignons CP et CV, sans usure.
 REF = référence ; PCI = poids conditionné initial ; PSI = poids sec initial ; PHF = poids humide ;
 PSF = poids sec final. Les pertes de masse sont exprimées en pourcentage de la masse sèche
 initiale (PSI)

Champignon	n° planche	REF	PCI avant usure (g)	PCI après usure (g)	PSI (g)	Humidité initiale (% m/m)	PH (g)	PSF (g)	Humidité finale (% m/m)	Humidité moyenne (%m/m)	Perte de masse (% m/m)	Perte de masse médiane (%m/m)	Perte de masse médiane (%m/m)
CP	4302	91	10,38		9,30	11,59	11,74	9,34	25,67	28,64	0,00	0,00	1,01
		92	10,59		9,49	11,55	11,88	9,52	24,77		0,00		
		93	10,31		9,25	11,52	11,56	9,10	27,03		1,57		
	4291	94	11,17		10,01	11,53	12,56	9,89	27,04		1,26	1,15	
		95	10,90		9,78	11,44	12,22	9,67	26,39		1,15		
		96	11,84		10,63	11,43	13,31	10,52	26,45		0,96		
	4357	97	9,01		8,07	11,62	10,04	7,97	25,97		1,27	0,83	
		98	9,73		8,75	11,12	11,02	8,69	26,79		0,71		
		99	9,11		8,15	11,66	10,21	8,09	26,29		0,83		
	4297	100	11,04		9,90	11,50	12,33	9,82	25,61		0,86	1,26	
		101	10,82		9,72	11,39	12,02	9,54	26,00		1,81		
		102	9,75		8,74	11,47	10,92	8,63	26,49		1,26		
	4305	103	10,82		9,69	11,58	12,54	9,60	30,71		1,01	1,02	
		104	10,48		9,39	11,67	12,26	9,29	31,98		1,04		
		105	11,01		9,86	11,62	12,80	9,76	31,21		1,02		
	4353	106	9,97		8,94	11,54	11,55	8,85	30,43		0,93	0,98	
		107	9,95		8,91	11,62	11,42	8,82	29,43		0,98		
		108	9,89		8,86	11,64	11,38	8,77	29,80		1,05		
	4007	109	10,16		9,12	11,35	11,45	8,97	27,64		1,65	1,65	
		110	10,70		9,59	11,52	12,15	9,51	27,73		0,87		
111		9,46		8,51	11,13	10,72	8,36	28,23	1,75				
4561	112	10,66		9,59	11,09	12,34	9,52	29,54	0,72	0,85			
	113	10,76		9,63	11,70	12,42	9,55	30,10	0,90				
	114	10,40		9,30	11,76	11,94	9,22	29,49	0,85				
4573	115	11,51		10,24	12,35	13,39	10,15	31,91	0,91	0,91			
	116	10,31		9,17	12,34	12,08	9,10	32,74	0,84				
	117	10,87		9,68	12,21	12,39	9,59	29,28	1,01				
4326	118	11,36		10,20	11,37	12,77	10,04	27,20	1,58	1,52			
	119	11,26		10,12	11,31	13,26	9,96	33,08	1,52				
	120	11,11		9,98	11,26	13,22	9,86	34,09	1,24				
CV	4302	151	10,25		9,21	11,32	11,85	9,03	31,24	31,94	1,96	1,72	1,97
		152	10,63		9,54	11,35	12,47	9,38	32,99		1,72		
		153	11,01		9,89	11,27	13,69	9,75	40,49		1,49		
	4291	154	10,88		9,78	11,31	13,38	9,58	39,57		1,99	1,99	
		155	10,83		9,74	11,22	12,29	9,46	29,86		2,80		
		156	10,83		9,71	11,50	12,32	9,53	29,32		1,87		
	4357	157	8,99		8,03	12,01	10,72	7,85	36,45		2,19	2,19	
		158	9,06		8,08	12,04	10,80	7,88	37,05		2,55		
		159	9,94		8,93	11,37	11,48	8,79	30,69		1,57		
	4297	160	10,55		9,45	11,55	12,33	9,22	33,71		2,45	2,07	
		161	10,76		9,66	11,34	12,09	9,46	27,80		2,07		
		162	10,51		9,42	11,51	11,71	9,24	26,77		1,98		
	4305	163	11,19		10,01	11,76	12,97	9,91	30,85		1,02	1,31	
		164	10,57		9,44	11,96	12,05	9,31	29,31		1,31		
		165	11,51		10,27	12,06	13,02	10,13	28,54		1,37		
	4353	166	10,53		9,44	11,55	11,79	9,18	28,38		2,71	2,28	
		167	10,14		9,09	11,49	11,72	8,88	31,92		2,28		
		168	10,05		9,02	11,47	11,64	8,87	31,18		1,64		
	4007	169	9,99		8,96	11,44	11,38	8,71	30,76		2,86	2,86	
		170	10,27		9,23	11,22	12,94	9,00	43,78		2,50		
171		10,30		9,27	11,15	12,39	8,96	38,34	3,36				
4561	172	10,90		9,77	11,62	12,55	9,59	30,88	1,78	1,78			
	173	10,81		9,68	11,64	12,26	9,43	30,03	2,62				
	174	10,94		9,79	11,76	12,58	9,65	30,39	1,42				
4573	175	10,88		9,68	12,38	12,69	9,53	33,20	1,59	1,28			
	176	10,60		9,43	12,39	12,52	9,31	34,46	1,23				
	177	10,61		9,44	12,45	12,23	9,32	31,28	1,28				
4326	178	11,27		10,11	11,49	12,64	9,91	27,60	2,00	2,00			
	179	11,27		10,10	11,62	12,35	9,87	25,15	2,28				
	180	11,20		10,03	11,59	12,54	9,93	26,21	0,98				

➤ Après délavage selon l'EN 84

Les résultats obtenus pour le chêne et le châtaigner après délavage selon l'EN 84 sont présentés dans le Tableau 24 et le Tableau 25.

Tableau 24 : Résultats pour le chêne vis-à-vis des champignons CP et CV, après EN 84.
 REF = référence ; PCI = poids conditionné initial ; PSI = poids sec initial ; PHF = poids humide ;
 PSF = poids sec final. Les pertes de masse sont exprimées en pourcentage de la masse sèche
 initiale (PSI)

Champignon	n° planche	REF	PCI avant usure (g)	PCI après usure (g)	PSI (g)	Humidité initiale (% m/m)	PH (g)	PSF (g)	Humidité finale (% m/m)	Humidité moyenne (% m/m)	Perte de masse (% m/m)	Perte de masse médiane (% m/m)	Perte de masse médiane (% m/m)
CP	1	181	13,03	13,05	11,36	14,83	14,52	11,22	29,43	30,57	1,29	1,51	1,46
		182	13,32	13,38	11,64	14,89	14,75	11,40	29,40		2,07		
		183	13,74	13,81	12,01	14,99	15,60	11,91	30,94		0,83		
		184	12,28	12,35	10,75	14,88	14,06	10,56	33,17		1,73		
		185	12,85	12,97	11,30	14,83	13,99	10,88	28,61		3,70		
	186	12,86	12,93	11,24	14,99	14,34	11,13	28,92	1,03				
	187	12,55	12,58	10,97	14,73	13,90	10,85	28,15	1,07				
	188	12,96	13,03	11,36	14,63	14,39	11,23	28,11	1,17				
	189	12,42	12,49	10,86	14,96	14,98	10,76	39,21	0,94				
	190	13,13	13,19	11,49	14,85	15,25	11,26	35,35	1,96				
	191	13,41	13,46	11,72	14,78	14,89	11,55	28,91	1,51				
	192	12,48	12,49	10,88	14,83	13,94	10,79	29,19	0,80				
	193	15,11	15,45	13,51	14,36	16,49	12,49	32,03	7,55				
	194	14,90	15,19	13,27	14,44	16,89	13,16	28,40	0,86				
	195	15,20	15,51	13,57	14,33	15,30	10,79	41,74	20,45				
	196	14,43	14,72	12,87	14,31	16,86	12,59	33,91	2,20				
	197	14,13	14,40	12,58	14,40	16,39	12,41	32,01	1,37				
	198	14,78	15,06	13,18	14,27	16,14	12,10	33,44	8,25				
	199	14,45	14,67	12,82	14,43	16,34	12,68	28,85	1,06				
	200	15,18	15,48	13,53	14,34	17,16	13,28	29,18	1,85				
	201	14,33	14,61	12,78	14,29	16,10	12,50	28,75	2,19				
202	14,65	14,87	12,99	14,45	16,39	12,83	27,77	1,26					
203	14,72	14,94	13,06	14,40	16,23	12,25	32,42	6,17					
204	15,15	15,44	13,50	14,35	17,15	13,11	30,88	2,94					
205	13,39	13,49	11,81	14,22	14,81	11,64	27,19	1,40					
206	14,70	14,81	12,95	14,39	16,25	12,78	27,13	1,31					
207	13,80	13,91	12,16	14,42	15,40	11,92	29,19	1,99					
208	14,42	14,58	12,74	14,41	16,09	12,50	28,64	1,85					
209	14,77	14,96	13,06	14,52	16,59	12,95	28,02	0,84					
210	12,85	12,94	11,31	14,48	14,38	11,22	28,21	0,81					
CV	1	241	13,73	13,86	12,09	14,68	15,72	12,01	30,83	32,94	0,61	2,13	2,55
		242	12,74	12,84	11,19	14,70	14,27	11,04	29,24		1,34		
		243	13,60	13,74	11,98	14,66	15,11	11,69	29,31		2,45		
		244	12,43	12,52	10,91	14,72	13,67	10,55	29,59		3,36		
		245	13,70	13,82	12,05	14,74	15,19	11,83	28,43		1,80		
	246	12,97	13,07	11,38	14,80	16,67	10,64	56,68	6,52				
	247	13,21	13,31	11,59	14,85	15,38	11,43	34,55	1,40				
	248	13,18	13,23	11,55	14,56	15,47	11,26	37,33	2,45				
	249	12,59	12,66	11,01	14,96	14,70	10,79	36,28	2,02				
	250	13,13	13,17	11,47	14,81	15,35	11,23	36,66	2,11				
	251	11,83	11,93	10,37	15,02	13,06	10,26	27,22	1,03				
	252	11,94	12,02	10,46	14,88	13,27	10,36	28,11	1,00				
	253	16,16	16,37	14,25	14,86	18,24	13,99	30,30	1,78				
	254	15,04	15,26	13,33	14,47	16,74	12,84	30,32	3,63				
	255	14,23	14,47	12,65	14,41	15,97	12,22	30,63	3,35				
	256	12,61	12,60	10,95	15,04	14,30	10,81	32,32	1,35				
	257	14,30	14,55	12,72	14,38	16,08	12,38	29,95	2,69				
	258	14,89	15,15	13,24	14,40	16,55	12,80	29,29	3,34				
	259	14,72	14,94	13,06	14,40	16,48	12,80	28,73	1,94				
	260	15,19	15,45	13,51	14,38	17,03	13,14	29,60	2,75				
261	15,05	15,33	13,40	14,42	16,77	13,04	28,58	2,66					
262	14,56	14,79	12,93	14,43	16,12	12,57	28,23	2,78					
263	14,61	14,83	12,96	14,41	16,42	12,53	30,98	3,28					
264	14,27	14,51	12,69	14,35	16,19	12,32	31,43	2,95					
265	14,87	15,02	13,13	14,45	16,46	12,72	29,40	3,12					
266	13,94	14,03	12,26	14,42	15,34	12,00	27,80	2,11					
267	13,57	13,69	11,96	14,45	14,85	11,76	26,27	1,65					
268	14,38	14,51	12,67	14,45	15,74	12,30	27,96	2,97					
269	14,15	14,26	12,46	14,50	17,01	12,10	40,59	2,88					
270	14,90	15,02	13,11	14,53	20,66	12,05	71,51	8,11					

Tableau 25 : Résultats pour le châtaigner vis-à-vis des champignons CP et CV, après EN 84.
 REF = référence ; PCI = poids conditionné initial ; PSI = poids sec initial ; PHF = poids humide ;
 PSF = poids sec final. Les pertes de masse sont exprimées en pourcentage de la masse sèche
 initiale (PSI)

Champignon	n° planche	REF	PCI avant usure (g)	PCI après usure (g)	PSI (g)	Humidité initiale (% m/m)	PH (g)	PSF (g)	Humidité finale (% m/m)	Humidité moyenne (% m/m)	Perte de masse (% m/m)	Perte de masse médiane (% m/m)	Perte de masse médiane (% m/m)
CP	4302	211	10,54	10,53	9,22	14,27	11,60	9,08	27,74	27,56	1,48	1,48	1,35
		212	10,74	10,75	9,42	14,13	11,78	9,28	27,05		1,49		
		213	10,57	10,55	9,24	14,14	11,58	9,13	26,87		1,25		
	4291	214	10,47	10,47	9,19	13,99	11,58	9,08	27,43		1,16	1,51	
		215	10,88	10,88	9,54	14,07	11,88	9,37	26,76		1,78		
		216	11,44	11,44	10,02	14,09	12,51	9,87	26,67		1,51		
	4357	217	8,94	8,97	7,85	14,22	9,83	7,76	26,67		1,16	1,16	
		218	8,84	8,90	7,80	14,17	9,79	7,72	26,81		1,00		
		219	9,02	9,03	7,91	14,12	9,77	7,80	25,27		1,35		
	4297	220	10,63	10,66	9,32	14,35	11,55	9,20	25,57		1,34	1,39	
		221	10,76	10,81	9,46	14,23	11,75	9,32	26,02		1,47		
		222	10,64	10,68	9,34	14,37	11,63	9,21	26,22		1,39		
	4305	223	10,54	10,45	9,14	14,29	11,47	9,04	26,86		1,07	1,37	
		224	11,92	11,89	10,40	14,34	13,10	10,20	28,42		1,88		
		225	10,15	10,20	8,93	14,14	11,17	8,81	26,76		1,37		
	4353	226	9,95	9,96	8,70	14,42	10,98	8,59	27,73		1,26	1,09	
		227	10,76	10,83	9,48	14,28	11,92	9,38	27,14		1,09		
		228	10,88	10,94	9,57	14,35	12,07	9,47	27,45		0,99		
	4007	229	9,39	9,44	8,29	13,88	10,16	7,68	32,23		7,30	7,30	
		230	9,96	10,02	8,81	13,74	10,88	8,35	30,36		5,20		
		231	9,53	9,60	8,42	14,02	9,87	7,45	32,54		11,51		
	4561	232	11,01	11,03	9,65	14,23	12,24	9,53	28,49		1,31	1,32	
		233	10,67	10,72	9,37	14,36	11,65	9,25	26,03		1,35		
		234	10,90	10,92	9,55	14,27	11,81	9,43	25,30		1,32		
	4573	235	11,32	11,24	9,77	15,05	12,23	9,67	26,50		1,04	1,04	
		236	10,82	10,71	9,30	15,06	11,59	9,19	26,12		1,20		
		237	10,44	10,33	8,98	15,12	11,26	8,91	26,33		0,69		
	4326	238	12,44	12,50	10,97	13,89	13,56	10,72	26,41		2,26	2,26	
		239	11,99	12,00	10,51	14,14	13,50	10,34	30,56		1,63		
		240	10,86	10,84	9,51	13,99	12,29	9,27	32,47		2,49		
CV	4302	271	10,48	10,45	9,15	14,20	11,85	9,14	29,64	29,19	0,08	0,77	2,11
		272	10,90	10,86	9,52	14,12	12,26	9,44	29,90		0,77		
		273	10,52	10,50	9,20	14,15	11,77	9,03	30,33		1,77		
	4291	274	11,04	11,08	9,70	14,23	12,68	9,43	34,49		2,79	2,23	
		275	11,46	11,48	10,04	14,28	12,96	9,92	30,57		1,21		
		276	10,33	10,36	9,10	13,91	12,01	8,90	34,97		2,23		
	4357	277	9,05	9,07	7,96	13,98	9,84	7,72	27,49		3,00	3,00	
		278	9,87	9,81	8,59	14,23	11,19	8,26	35,46		3,83		
		279	9,13	9,14	8,02	14,03	9,91	7,85	26,21		2,13		
	4297	280	9,62	9,60	8,41	14,12	10,48	8,20	27,76		2,52	2,52	
		281	10,43	10,42	9,13	14,09	11,54	9,06	27,42		0,86		
		282	10,02	10,01	8,78	14,04	10,92	8,40	29,98		4,27		
	4305	283	11,38	11,34	9,92	14,32	12,33	9,77	26,20		1,47	1,47	
		284	11,43	11,38	9,97	14,23	12,38	9,75	26,99		2,18		
		285	11,04	10,98	9,60	14,41	11,96	9,46	26,44		1,40		
	4353	286	10,18	10,23	8,94	14,42	11,10	8,72	27,34		2,49	2,49	
		287	10,32	10,36	9,04	14,66	11,38	8,81	29,12		2,51		
		288	11,24	11,27	9,85	14,43	12,53	9,67	29,50		1,77		
	4007	289	9,82	9,80	8,61	13,86	10,60	8,32	27,40		3,35	3,35	
		290	9,72	9,73	8,55	13,87	10,61	8,33	27,39		2,59		
		291	9,97	10,01	8,80	13,79	11,17	8,43	32,52		4,14		
	4561	292	11,01	10,98	9,62	14,13	12,33	9,47	30,20		1,54	1,54	
		293	10,83	10,81	9,47	14,17	11,81	9,27	27,39		2,08		
		294	10,98	10,95	9,58	14,23	12,02	9,44	27,36		1,48		
	4573	295	10,79	10,64	9,25	14,97	11,58	9,10	27,29		1,67	1,67	
		296	9,93	9,78	8,51	14,94	10,74	8,37	28,34		1,72		
		297	10,63	10,51	9,13	15,08	11,62	9,02	28,82		1,21		
	4326	298	12,46	12,53	10,99	14,01	14,16	10,68	32,53		2,76	2,13	
		299	10,87	10,85	9,50	14,15	11,98	9,35	28,15		1,64		
		300	11,57	11,54	10,12	14,07	12,72	9,90	28,46		2,13		

☞ **Après délavage selon le « shower test »**

Les résultats obtenus pour le chêne et le châtaigner après délavage selon la méthode du « shower test » sont présentés dans le Tableau 26 et le Tableau 27.

Tableau 26 : Résultats pour le chêne vis-à-vis des champignons CP et CV, après « shower test ».

REF = référence ; PCI = poids conditionné initial ; PSI = poids sec initial ; PHF = poids humide ; PSF = poids sec final. Les pertes de masse sont exprimées en pourcentage de la masse sèche initiale (PSI)

Champignon	n° planche	REF	PCI avant usure (g)	PCI après usure (g)	PSI (g)	Humidité initiale (% m/m)	PH (g)	PSF (g)	Humidité finale (% m/m)	Humidité moyenne (% m/m)	Perte de masse (% m/m)	Perte de masse médiane (% m/m)	Perte de masse médiane (% m/m)
CP	1	301	12,87	13,00	11,48	13,27	15,02	11,55	30,13	30,25	0,00	0,90	0,97
		302	12,80	12,94	11,43	13,25	15,01	11,48	30,79		0,00		
		303	12,51	12,61	11,14	13,22	14,24	11,04	28,97		0,91		
		304	12,96	13,13	11,59	13,27	14,78	11,46	29,00		1,14		
		305	13,50	13,64	12,05	13,20	15,46	11,93	29,54		0,97		
		306	12,31	12,43	10,97	13,34	14,06	10,87	29,37		0,89		
	2	307	12,58	12,71	11,22	13,26	15,25	11,12	37,22		0,94	0,90	
		308	13,19	13,28	11,76	12,89	15,76	11,61	35,76		1,32		
		309	12,20	12,32	10,88	13,23	14,15	10,78	31,35		0,93		
		310	12,04	12,16	10,73	13,29	13,97	10,64	31,29		0,87		
		311	11,95	12,06	10,65	13,18	13,73	10,56	29,93		0,86		
		312	12,34	12,44	10,99	13,20	14,16	10,91	29,73		0,72		
	3	313	15,05	15,25	13,50	12,96	17,13	13,41	27,76		0,68	0,95	
		314	14,89	15,08	13,34	13,08	16,91	13,19	28,22		1,15		
		315	14,58	14,74	13,05	12,94	16,25	12,70	27,90		2,66		
		316	15,47	15,61	13,81	13,09	17,57	13,67	28,52		0,99		
		317	15,27	15,41	13,62	13,11	17,86	13,50	32,24		0,86		
		318	15,10	15,27	13,51	13,01	17,33	13,39	29,42		0,90		
	4	319	14,91	15,09	13,35	13,02	16,86	12,76	32,11		4,40	3,84	
		320	15,50	15,64	13,86	12,81	17,99	13,49	33,28		2,67		
		321	14,43	14,59	12,92	12,92	15,29	11,61	31,70		10,12		
		322	14,77	14,94	13,21	13,06	16,61	12,78	29,97		3,28		
		323	14,65	14,81	13,11	12,94	16,78	12,91	29,99		1,51		
		324	14,42	14,61	12,93	12,97	15,96	12,32	29,56		4,74		
	5	325	13,32	13,42	11,91	12,70	15,50	11,80	31,39		0,97	1,03	
		326	12,93	13,04	11,55	12,95	14,94	11,38	31,25		1,42		
		327	12,90	13,02	11,55	12,74	14,25	11,10	28,42		3,92		
		328	13,40	13,53	11,97	13,00	15,33	11,91	28,72		0,53		
		329	13,05	13,18	11,69	12,75	14,72	11,62	26,68		0,58		
		330	13,65	13,79	12,24	12,68	15,40	12,11	27,21		1,08		
CV	1	361	12,06	12,24	10,78	13,53	14,24	10,68	33,26	0,88	2,36		
		362	12,31	12,42	10,98	13,13	14,33	10,81	32,46	1,47			
		363	13,79	13,93	12,33	12,91	15,59	12,06	29,30	2,24			
		364	13,65	13,83	12,22	13,13	15,45	11,92	29,60	2,48			
		365	12,40	12,52	11,04	13,41	14,07	10,70	31,48	3,05			
		366	12,46	12,57	11,10	13,23	14,04	10,75	30,55	3,15			
	2	367	12,36	12,47	11,02	13,11	14,31	10,82	32,21	1,82	1,60		
		368	12,38	12,49	11,03	13,20	14,22	10,88	30,71	1,39			
		369	12,57	12,69	11,20	13,27	14,67	11,00	33,35	1,76			
		370	12,85	12,96	11,46	13,13	15,07	11,30	33,40	1,41			
		371	12,63	12,74	11,26	13,14	14,25	11,09	28,55	1,57			
		372	12,17	12,28	10,87	12,95	13,86	10,69	29,60	1,64			
	3	373	14,62	14,77	13,12	12,54	16,47	12,43	32,42	5,23	3,37		
		374	15,27	15,42	13,65	12,95	17,13	13,25	29,33	2,95			
		375	14,18	14,34	12,69	12,97	16,13	12,40	30,10	2,33			
		376	15,43	15,64	13,85	12,93	17,15	13,02	31,67	5,96			
		377	14,43	14,62	12,95	12,93	16,13	12,48	29,26	3,59			
		378	14,92	15,12	13,38	13,03	16,63	12,96	28,32	3,15			
	4	379	15,51	15,66	13,86	13,00	17,36	13,49	28,73	2,68	2,36		
		380	14,36	14,51	12,87	12,78	16,16	12,60	28,25	2,07			
		381	14,42	14,56	12,92	12,65	16,12	12,60	27,89	2,48			
382		15,12	15,26	13,54	12,70	16,96	13,23	28,16	2,24				
383		13,29	13,47	11,95	12,71	14,73	11,56	27,39	3,27				
384		14,91	15,07	13,36	12,81	16,68	13,11	27,24	1,88				
5	385	13,46	13,61	12,07	12,73	15,13	11,62	30,18	3,72	3,27			
	386	15,13	15,26	13,54	12,73	16,83	13,03	29,13	3,76				
	387	13,40	13,52	11,99	12,79	14,88	11,61	28,10	3,14				
	388	13,22	13,35	11,82	12,92	14,75	11,56	27,57	2,19				
	389	13,57	13,71	12,14	12,92	15,31	11,75	30,35	3,28				
	390	13,14	13,26	11,76	12,74	14,95	11,38	31,43	3,27				

Tableau 27 : Résultats pour le châtaigner vis-à-vis des champignons CP et CV, après « shower test » .

REF = référence ; PCI = poids conditionné initial ; PSI = poids sec initial ; PHF = poids humide ; PSF = poids sec final. Les pertes de masse sont exprimées en pourcentage de la masse sèche initiale (PSI)

Champignon	n° planche	REF	PCI avant usure (g)	PCI après usure (g)	PSI (g)	Humidité initiale (% m/m)	PH (g)	PSF (g)	Humidité finale (% m/m)	Humidité moyenne (% m/m)	Perte de masse (% m/m)	Perte de masse médiane (% m/m)	Perte de masse médiane (% m/m)				
CP	4302	331	10,65	10,74	9,51	12,89	11,86	9,55	24,20	28,52	0,00	0,00	1,02				
		332	11,55	11,65	10,32	12,87	13,00	10,37	25,42		0,00						
		333	10,56	10,65	9,40	13,30	11,96	9,29	28,72		4,58						
	4291	334	10,89	10,96	9,73	12,55	12,36	9,62	28,47		0,00	0,00		0,00			
		335	10,20	10,28	9,13	12,58	11,56	8,98	28,72		5,06						
		336	10,58	10,66	9,46	12,66	11,98	9,33	28,35		0,00						
	4357	337	9,47	9,57	8,50	12,59	10,72	8,41	27,38		4,54	4,54		4,54			
		338	9,84	9,92	8,81	12,57	11,23	8,75	28,42		0,00						
		339	9,09	9,20	8,14	12,97	10,73	7,97	34,59		16,41						
	4297	340	10,70	10,78	9,54	13,02	12,71	9,45	34,53		0,00	4,11		4,11			
		341	9,88	9,98	8,84	12,85	11,11	8,56	29,75		4,11						
		342	9,96	10,07	8,93	12,80	11,18	8,74	27,97		16,16						
	4305	343	11,66	11,74	10,42	12,69	13,00	10,25	26,88		0,00	0,00		0,00			
		344	10,56	10,63	9,41	13,03	11,88	9,31	27,58		1,53						
		345	10,61	10,69	9,45	13,05	11,87	9,34	27,15		0,00						
	4353	346	10,17	10,28	9,09	13,09	11,34	8,93	26,99		8,12	0,24		0,24			
		347	10,86	10,97	9,72	12,92	12,23	9,56	27,91		0,00						
		348	10,03	10,15	8,96	13,34	11,42	8,86	28,80		0,24						
	4007	349	9,91	10,01	8,88	12,67	10,88	8,65	25,88		5,71	5,71		5,71			
		350	10,25	10,32	9,17	12,60	11,28	8,96	25,91		2,29						
		351	9,44	9,52	8,44	12,74	10,02	7,63	31,23		9,58						
	4561	352	11,05	11,19	9,93	12,71	12,58	9,83	28,00		1,01	1,01		1,01			
		353	10,84	10,91	9,70	12,49	12,09	9,60	25,95		1,01						
		354	10,92	10,98	9,76	12,54	12,16	9,66	25,82		0,96						
	4573	355	10,31	10,35	9,13	13,39	11,95	9,03	32,32		1,05	0,98		0,98			
		356	10,79	10,86	9,55	13,64	12,49	9,46	32,06		0,98						
		357	9,89	9,92	8,73	13,58	11,56	8,65	33,61		0,89						
	4326	358	10,96	11,04	9,81	12,53	12,84	9,71	32,24		1,03	1,04		1,04			
		359	11,93	12,01	10,66	12,68	13,20	10,53	25,37		1,18						
		360	11,71	11,76	10,43	12,77	12,95	10,32	25,45		1,04						
	CV	4302	391	10,59	10,69	9,46	12,95	11,77	9,47		24,28	30,21		0,00	0,00	1,82	
			392	10,62	10,70	9,47	13,03	11,91	9,50		25,35			0,00			
			393	10,32	10,39	9,20	12,94	11,64	9,02		29,03			2,01			
		4291	394	10,37	10,47	9,28	12,77	11,92	9,02		32,10			2,80	2,17		2,17
			395	11,08	11,14	9,90	12,52	12,27	9,68		26,70			2,17			
			396	10,82	10,87	9,64	12,81	11,99	9,51		26,15			1,36			
4357		397	9,08	9,14	8,09	12,89	9,96	7,77	28,15	3,97	3,97		3,97				
		398	9,91	9,99	8,87	12,59	11,05	8,72	26,73	1,74							
		399	8,94	9,02	7,98	13,02	9,96	7,66	30,08	4,08							
4297		400	10,77	10,85	9,60	13,01	11,98	9,44	26,90	1,60	1,60		1,60				
		401	12,21	12,31	10,89	13,07	13,80	10,73	28,67	1,51							
		402	10,51	10,59	9,35	13,19	12,07	9,19	31,33	1,74							
4305		403	10,13	10,24	9,04	13,22	11,88	8,89	33,69	1,74	1,18		1,18				
		404	11,12	11,18	9,92	12,74	13,28	9,80	35,47	1,18							
		405	10,76	10,83	9,59	13,00	12,85	9,48	35,56	1,13							
4353		406	11,16	11,26	9,97	13,01	13,64	9,75	39,86	2,15	1,94		1,94				
		407	10,71	10,84	9,58	13,14	12,16	9,44	28,72	1,42							
		408	10,58	10,71	9,46	13,15	11,92	9,28	28,44	1,94							
4007		409	10,14	10,20	9,06	12,54	11,28	8,80	28,15	2,84	2,84		2,84				
		410	9,89	9,94	8,85	12,31	11,70	8,51	37,51	3,92							
		411	10,44	10,52	9,33	12,78	12,10	9,14	32,32	2,05							
4561		412	10,64	10,72	9,50	12,74	12,19	9,34	30,47	1,68	1,93		1,93				
		413	10,66	10,80	9,57	12,78	12,09	9,39	28,73	1,93							
		414	10,89	10,96	9,72	12,79	12,42	9,48	31,04	2,49							
4573		415	10,39	10,45	9,19	13,64	11,49	9,07	26,69	1,34	1,01		1,01				
		416	11,62	11,67	10,26	13,73	13,00	10,16	27,97	0,98							
		417	9,99	10,02	8,85	13,33	12,02	8,76	37,31	1,01							
4326		418	11,35	11,43	10,12	12,97	12,99	9,90	31,25	2,17	2,17		2,17				
		419	11,47	11,54	10,22	12,90	12,97	9,99	29,89	2,32							
		420	11,67	11,74	10,43	12,63	13,05	10,23	27,59	1,90							

Pour chaque essence et chaque usure, les valeurs médianes des pertes de masse des éprouvettes d'essai exposées à chaque champignon ont été déterminées pour chaque planche et pour l'ensemble des éprouvettes d'essai. C'est la valeur médiane de l'ensemble des valeurs obtenues avec le champignon causant les plus fortes pertes de masse qui est utilisée pour déterminer la classe de durabilité (comme défini dans la partie 5.1.3 de ce rapport, norme EN 350-1⁴).

Ici le champignon CV cause les plus fortes pertes de masse (quelle que soit l'usure, quelle que soit l'essence). Ces pertes de masse sont inférieures à 5% pour les deux essences, avec ou sans délavage des tannins. Elles correspondent à une classe de durabilité de 1 (Très durable).

↳ **Résultats pour les éprouvettes de référence**

Lors de cet essai, les manipulations ont également été réalisées avec des éprouvettes de hêtre (10 par condition testée) pour valider l'essai. Les résultats de pertes de masse obtenus, significativement supérieurs aux résultats obtenus pour le chêne et le châtaigner permettent de valider l'essai.

↳ **Analyse de variance en fonction des planches testées**

Une analyse de variance a été réalisée sur les résultats obtenus pour déterminer si des différences étaient observées entre les planches testées pour chaque essence, après chaque délavage.

Les résultats obtenus pour les 5 planches de chêne sont présentés dans la Figure 71, la Figure 72 et la Figure 73.

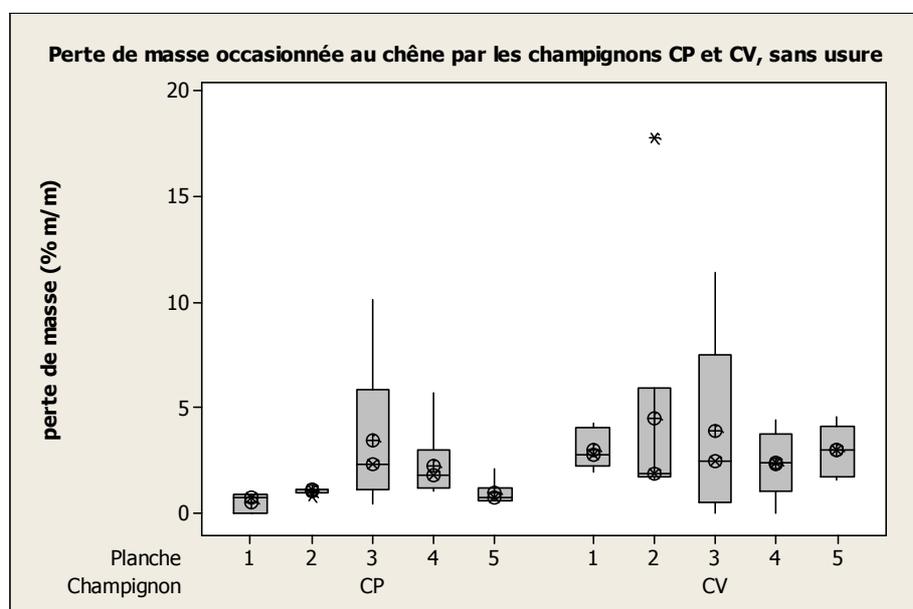


Figure 71 : Diagramme présentant la dispersion des pertes de masse (%) occasionnées par CP et CV aux éprouvettes de chêne de chaque planche testée

⁴ NF EN 350-1 (1994) : Durabilité du bois et des matériaux dérivés du bois. Durabilité naturelle du bois massif. Partie 1 : Guide des principes d'essai et de classification de la durabilité naturelle du bois.

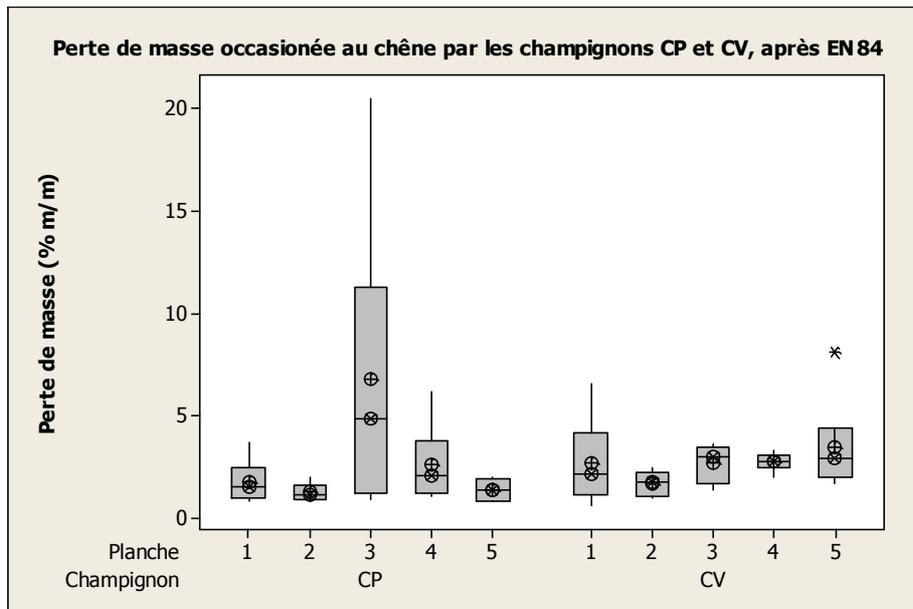


Figure 72 : Diagramme présentant la dispersion des pertes de masse (%) occasionnées par CP et CV aux éprouvettes de chêne de chaque planche testée, après délavage selon l'EN 84

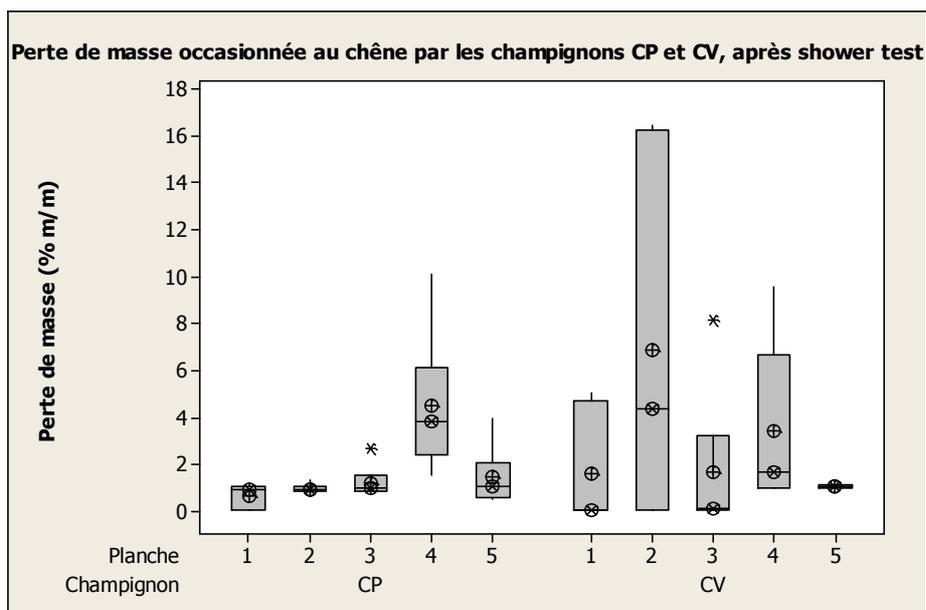


Figure 73 : Diagramme présentant la dispersion des pertes de masse (%) occasionnées par CP et CV aux éprouvettes de chêne de chaque planche testée, après délavage selon shower test

Les résultats obtenus pour le chêne présentent une faible variabilité.

Pour les champignons CP et CV, les résultats sans usure ou après délavage selon l'EN 84 ne présentent pas de différence significative.

Par contre, les résultats obtenus après le délavage shower test présentent des différences significatives :

- ⇒ Pour les pertes de masse occasionnées par CP, les résultats obtenus pour la planche 4 sont significativement différents des résultats obtenus pour les autres planches.
- ⇒ Pour les pertes de masse occasionnées par CV, les résultats obtenus pour les planches 3 et 5 sont différents des résultats obtenus pour les planches 4 et 2.

Les résultats obtenus pour les planches de châtaigner sont présentés dans la Figure 74, la Figure 75 et la Figure 76.

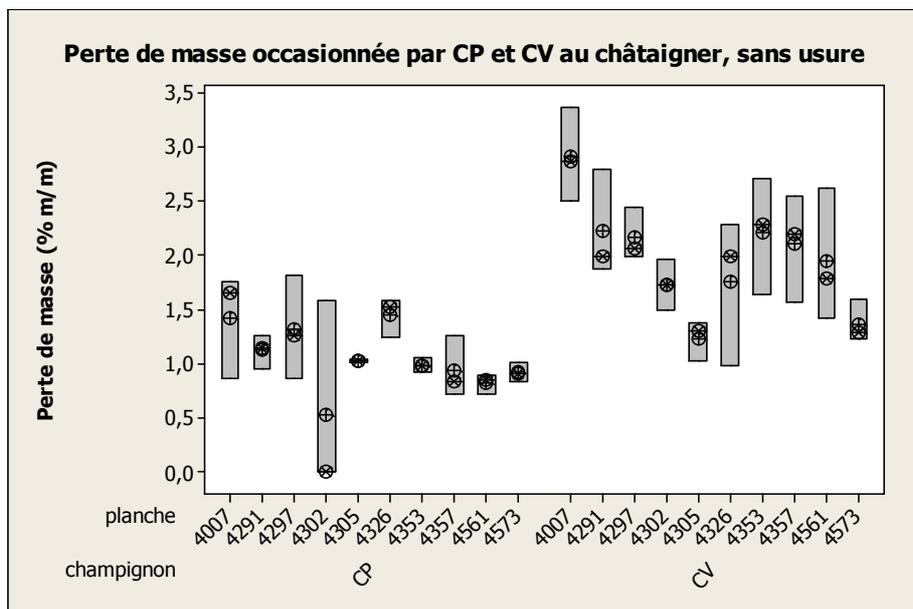


Figure 74 : Diagramme présentant la dispersion des pertes de masse (%) occasionnées par CP et CV aux éprouvettes de châtaigner de chaque planche testée

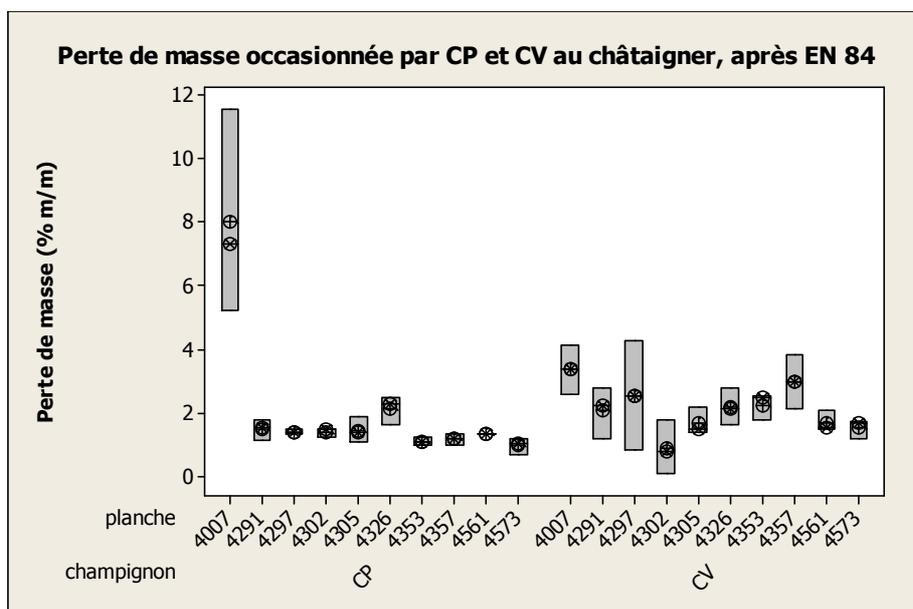


Figure 75 : Diagramme présentant la dispersion des pertes de masse (%) occasionnées par CP et CV aux éprouvettes de châtaigner de chaque planche testée, après délavage selon EN 84

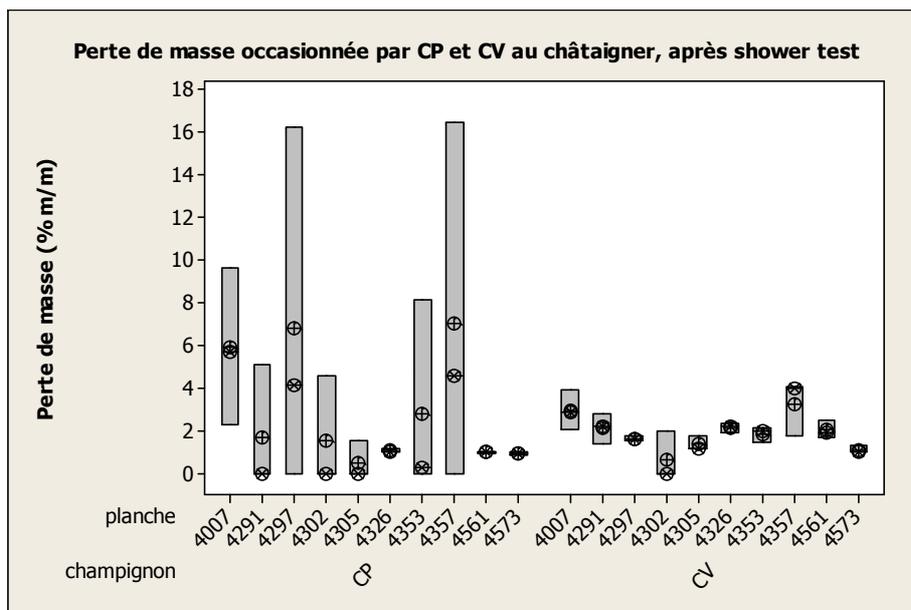


Figure 76 : Diagramme présentant la dispersion des pertes de masse (%) occasionnées par CP et CV aux éprouvettes de châtaigner de chaque planche testée, après délavage selon shower test

Les résultats obtenus pour le châtaigner présentent une variabilité plus importante que les résultats obtenus pour le chêne.

Pour le champignon CP, les résultats obtenus sans usure ou après délavage selon le shower test ne présentent pas de différence significative. Par contre, pour les résultats obtenus après délavage selon l'EN 84, les pertes de masse obtenues pour la planche 4007 sont significativement plus élevées (médiane à 7,3%) que les pertes de masse obtenues pour les autres planches (médianes de 1,04 à 2,26%).

Pour le champignon CV, des différences significatives sont observées quel que soit le délavage considéré :

- ⇒ Pour les pertes de masse occasionnées sans usure, les résultats obtenus pour la planche 4007 sont significativement différents des résultats obtenus pour les planches 4305 et 4573.
- ⇒ Pour les pertes de masse occasionnée après EN 84, les résultats obtenus pour la planche 4007 sont différents des résultats obtenus pour la planche 4302.
- ⇒ Pour les pertes de masse occasionnée après shower test, les résultats obtenus pour la planche 4357 sont différents des résultats obtenus pour les planches 4573 et 4302. De même, les résultats obtenus pour la planche 4007 sont différents des résultats obtenus pour la planche 4302.

↪ Analyse de variance en fonction du délavage

Une analyse de variance a été réalisée sur les résultats obtenus pour déterminer si des différences statistiques étaient observées entre délavage pour chaque essence testée, après chaque délavage.

Les résultats obtenus pour le chêne sont présentés dans la Figure 77 et la Figure 78.

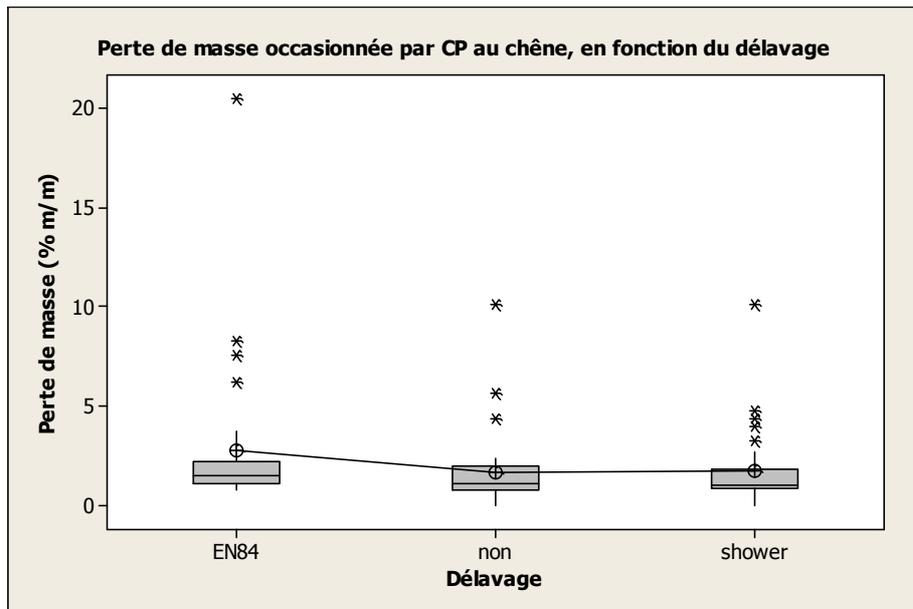


Figure 77 : Diagramme représentant la dispersion des pertes de masse occasionnées par CP au chêne, en fonction du délavage testé

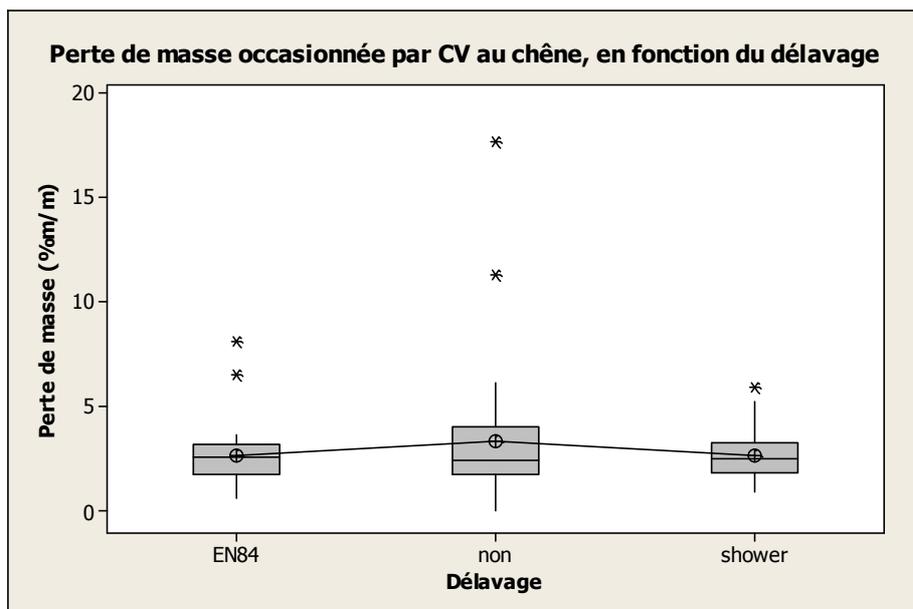


Figure 78 : Diagramme représentant la dispersion des pertes de masse occasionnées par CV au chêne, en fonction du délavage testé

Nos résultats démontrent que pour le chêne, le délavage pratiqué n'a pas eu d'influence sur les pertes de masse occasionnées par les champignons CP et CV dans les conditions testées.

Les résultats obtenus pour le châtaigner sont présentés dans la Figure 79 et la Figure 80.

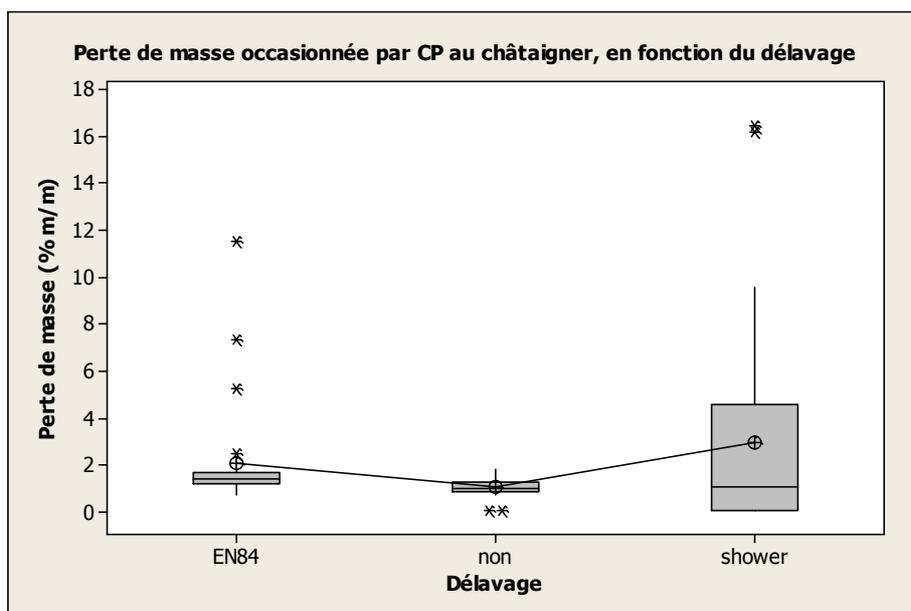


Figure 79 : Diagramme représentant la dispersion des pertes de masse occasionnées par CP au châtaigner, en fonction du délavage testé

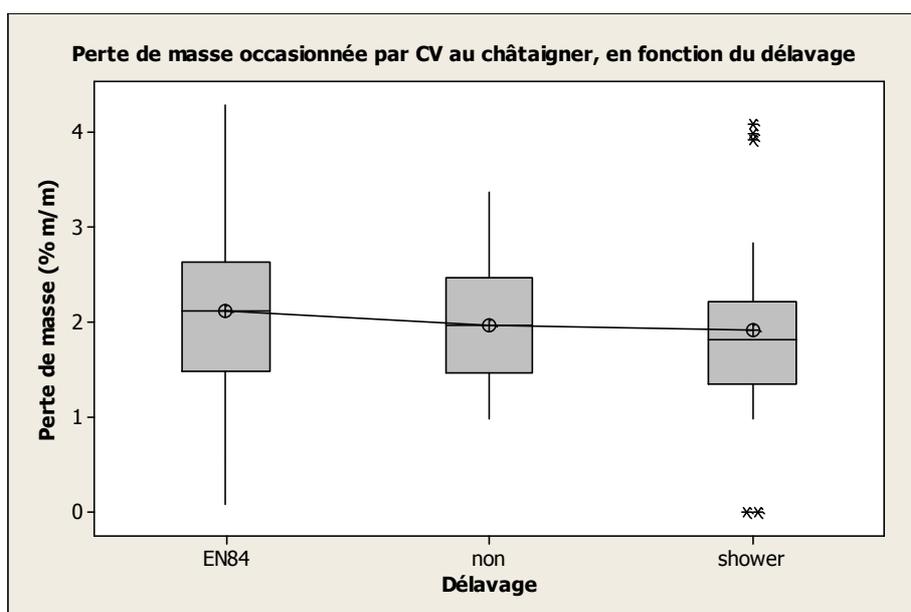


Figure 80 : Diagramme représentant la dispersion des pertes de masse occasionnées par CP au châtaigner, en fonction du délavage testé

Nos résultats démontrent que pour le châtaigner, le délavage pratiqué n'a pas d'influence sur les pertes de masse occasionnées par le champignon CV. Pour le champignon CP, les pertes de masse occasionnées sans délavage sont différentes des pertes de masse occasionnées après délavage selon le shower test. Cependant, **les moyennes et médianes obtenues dans les deux cas sont inférieures à 5%, ce qui renforce tout de même l'idée que quel que soit le délavage considéré, le châtaigner reste une essence très durable.**

↳ **Analyse de variance des humidités des échantillons de bois en fin d'essai**

Une analyse de variance a été réalisée sur toutes les humidités des éprouvettes de bois de chaque essence en fin d'essai. Les résultats des humidités obtenues (moyenne et écart-type) sont présentés dans la Figure 81.

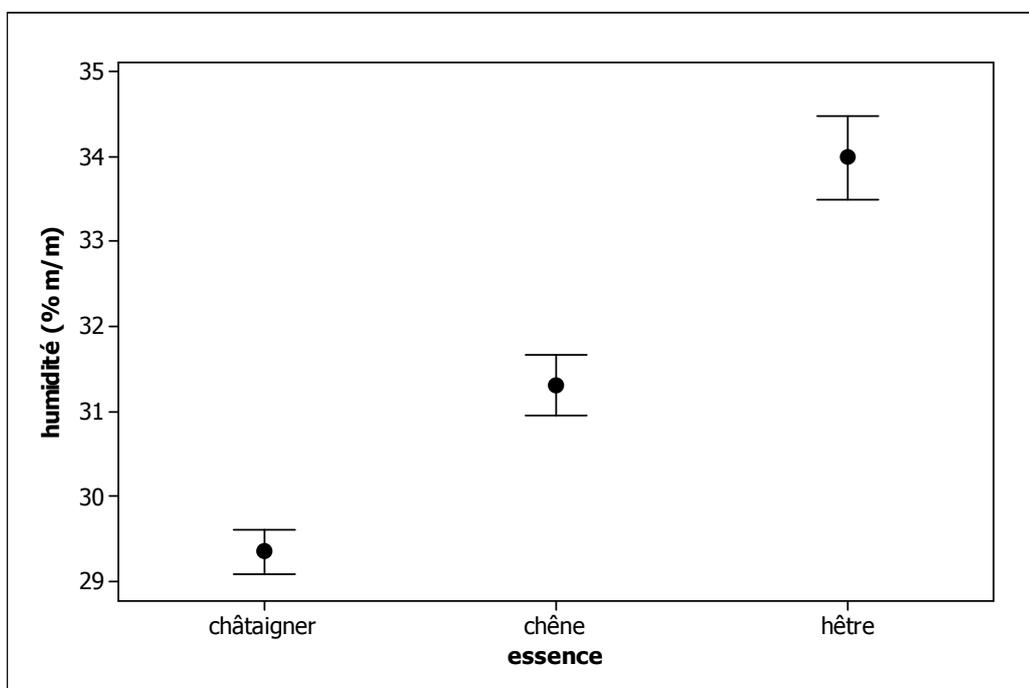


Figure 81 : Diagramme présentant la moyenne et l'écart-type des humidités en fin d'essai, pour chaque essence de bois

Les résultats démontrent que les valeurs d'humidité sont significativement différentes entre les 3 essences. Spécifiquement, le hêtre présente une humidité finale moyenne de 34%. Les humidités du chêne et du châtaignier, légèrement plus faibles, vont en faveur d'une attaque moindre des éprouvettes du bois par les champignons.

7.2.2 Influence des lixiviats sur la croissance de champignons

En parallèle des études de durabilité naturelle après lessivage des tannins, une analyse des effluents récoltés a été réalisée.

Le pH des eaux a d'abord été mesuré. Les résultats sont présentés dans le Tableau 28.

Tableau 28 : Mesure des pH des différents lixiviats obtenus pour le chêne et le châtaigner

Châtaigner / Chêne		pH
EN 84	2 heures	5
	1 jour	4,5
	2 jours	4,5
Shower test	1 jour	6
	2 jours	6
	3 jours	6

Les résultats obtenus démontrent que les **pH obtenus sont dépendants de la méthode de délavage utilisée** et non pas de l'essence considérée. Ici, la méthode EN 84, plus sévère en termes de délavage que la méthode shower test, entraîne potentiellement un plus grand délavage des composés taniques, et donc une acidité des lixiviats obtenus plus importante.

Une analyse chimique des lixiviats permettrait d'identifier et de quantifier les composés présents dans chaque eau de délavage, et permettrait d'expliquer plus précisément les résultats obtenus.

L'effet des lixiviats obtenus après 1 jour a ensuite été étudié sur la croissance de deux champignons :

- ⇒ *Ceratocystis pilifera* : champignon de bleuissement
- ⇒ *Coriolus versicolor* : champignon de pourriture

Les lixiviats ont été dilués au 1/50 ème dans le milieu de culture. La croissance des champignons a été mesurée après 4 et 7 jours de culture.

Les résultats obtenus pour *Coriolus versicolor* sont présentés dans la Figure 82.

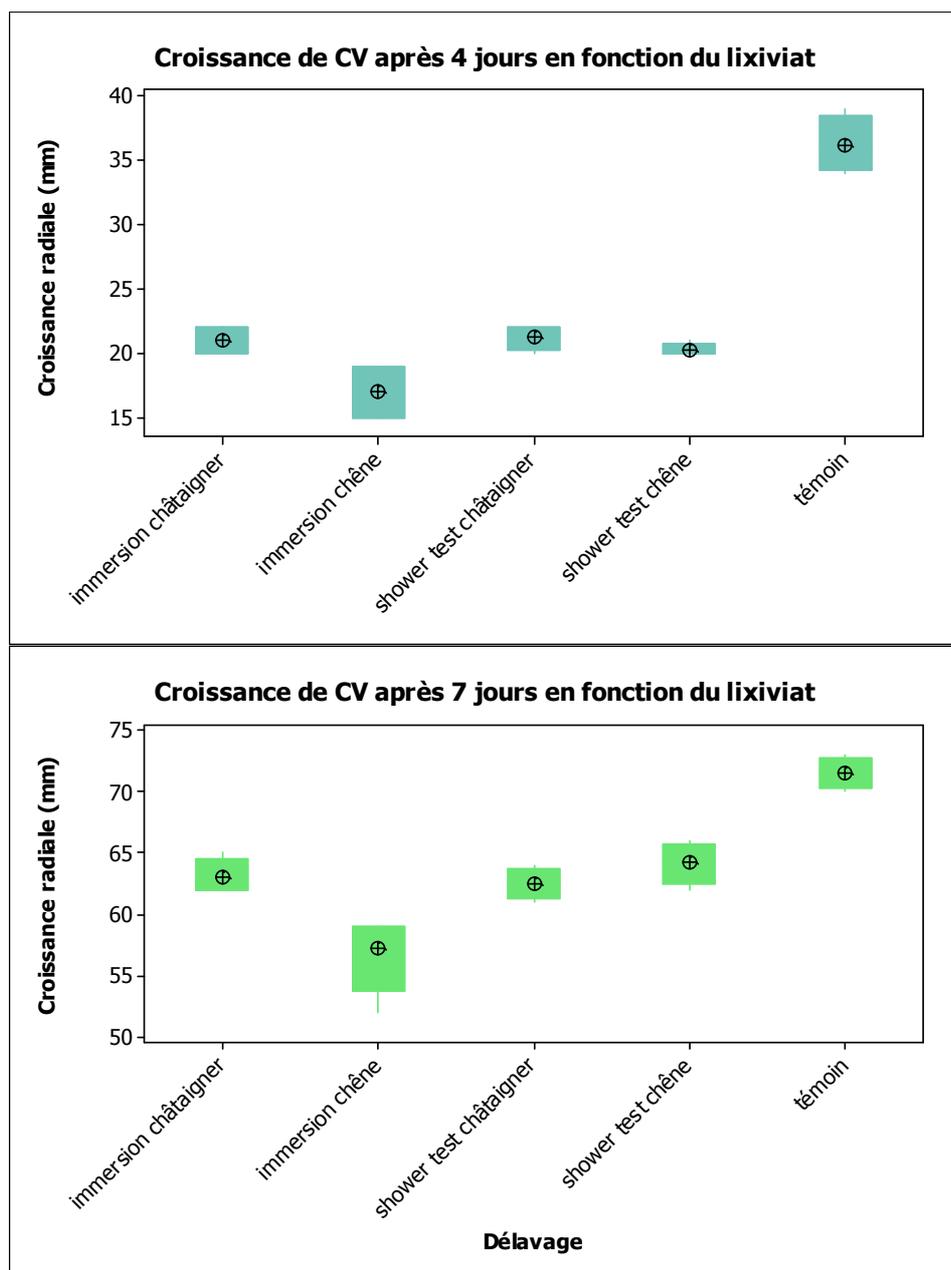


Figure 82 : Croissance radiale de *Coriolus versicolor* après 4 jours (haut) et 7 jours (bas) de culture en présence des lixiviats issus du dé lavage par immersion ou par shower test du chêne et du châtaignier

L'analyse de variance démontre que les résultats obtenus pour le témoin sont significativement supérieurs aux résultats obtenus avec les différents lixiviats. De plus, les eaux obtenues après dé lavage par immersion (EN 84) du chêne diminuent significativement la croissance de CV par rapport aux autres lixiviats.

Les résultats obtenus pour *Ceratocystis pilifera* sont présentés dans la Figure 83.

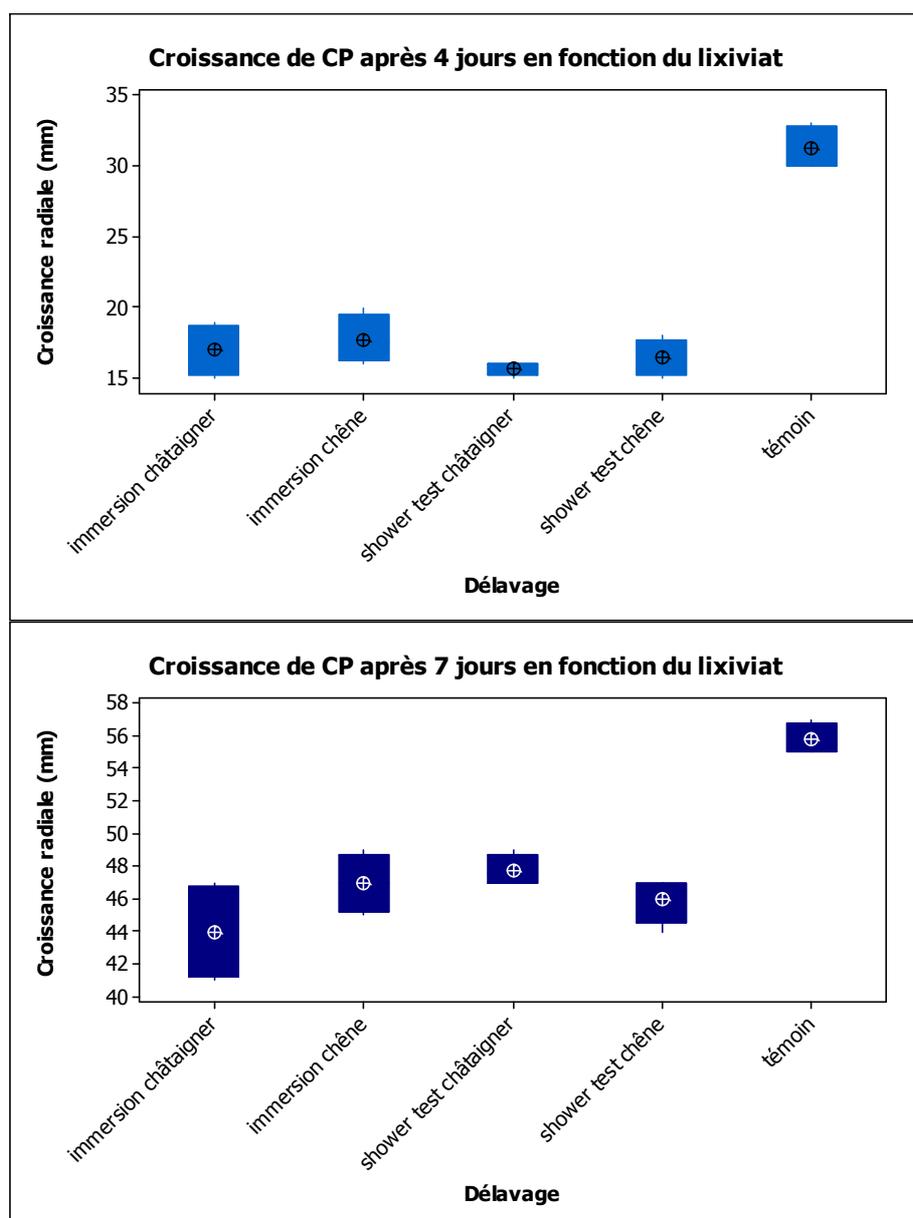


Figure 83 : Croissance radiale de *Ceratocystis pilifera* après 4 jours (haut) et 7 jours (bas) de culture en présence des lixiviats issus du délavage par immersion ou par shower test du chêne et du châtaigner

L'analyse de variance démontre que les résultats obtenus pour le témoin sont significativement supérieurs aux résultats obtenus avec les différents lixiviats.

Les résultats des tests de croissance démontrent globalement que les lixiviats obtenus après lessivage des tannins hydrosolubles (tannins hydrosolubles car lessivés à l'eau) affectent la croissance d'un champignon de pourriture et d'un champignon de bléissement après 7 jours de croissance.

7.2.1 Influence des lixiviats sur les daphnies

Le Tableau 29 rappelle les critères de validité de l'essai tels que recommandés par l'OCDE 202 et ceux obtenus dans le présent essai. Il montre que les critères de validité ont été remplis.

Tableau 29 : Critères de validité de l'essai

	Critères pour OCDE 202	Validité des critères de conformité
Daphnies immobilisées dans le témoin	≤ 10%	Oui (0%)
Oxygène dissous à la fin du test	≥ 3 mg/L	Oui (8,4 and 8,8 mg/L)

Le Tableau 30 et le Tableau 31 montrent respectivement les valeurs de pH et d'oxygène dissous obtenus pour le lixiviat de chêne.

Tableau 30 : pH du lixiviat de chêne à différentes concentrations dans le milieu d'essai

Concentrations nominales de lixiviat (%)	pH	
	T 0h	T 48 h
Témoin (milieu d'essai)	7,6	7,6
5	7,6	7,6
10	7,4	7,5
20	7,3	7,2
40	7,2	7,0
80	7,0	6,8
100	7,0	6,6

Tableau 31 : Oxygène dissous pour le lixiviat de chêne à différentes concentrations dans le milieu d'essai

Concentrations nominales de lixiviat (%)	O ₂ dissous (mg/L)	
	T0h Air: 9,3	T48 h Air: 9,4
Témoin (milieu d'essai)	9,2	8,9
5	8,9	9,0
10	8,7	9,1
20	9,0	9,1
40	9,0	8,7
80	8,2	8,8
100	8,2	9,0

Le Tableau 32 et le Tableau 33 montrent respectivement les valeurs de pH et d'oxygène dissous obtenus pour le lixiviat de chêne.

Tableau 32 : pH du lixiviat de châtaignier à différentes concentrations dans le milieu d'essai

Concentrations nominales de lixiviat (%)	pH	
	T 0h	T 48 h
Témoin (milieu d'essai)	7,8	7,5
5	7,4	7,4
10	7,1	7,2
20	6,9	7,0
40	6,9	6,8
80	6,7	6,4
100	6,6	6,3

Tableau 33 : Oxygène dissous pour le lixiviat de châtaignier à différentes concentrations dans le milieu d'essai

Concentrations nominales de lixiviat (%)	O ₂ dissous(mg/L)	
	T 0h Air: 9,5	T 48 h Air: 9,4
Témoin (milieu d'essai)	9,4	8,9
5	9,0	8,9
10	9,1	8,8
20	9,3	8,4
40	9,2	8,8
80	8,9	8,8
100	8,9	8,8

Les données brutes (immobilisation des daphnies en nombre cumulé pour chaque temps d'observation 24 et 48 heures) sont présentées dans le Tableau 34 pour le chêne.

Tableau 34 : Effet du lixiviat de chêne sur l'immobilisation des daphnies

Chêne			
Concentrations nominales de lixiviat (%)	Nombre de daphnies exposées au début	Daphnies immobilisées (%)	
		à 24h	à 48h
Témoin	14	0 (0%)	0 (0%)
5	15	1 (6,7%)	2 (13,3%)
10	15	1 (6,7%)	3 (20%)
20	15	0 (0%)	2 (13,3%)
40	15	4 (26,7%)	7 (46,7%)
80	15	6(40%)	13 (86,7%)
100	15	6 (40%)	14 (93,3%)

Aucun signe de stress n'a été observé sur les daphnies mobiles après 48 heures d'exposition. Les données brutes ont permis de calculer la CE₅₀ avec le logiciel Minitab 17.2.4.

La CE₅₀-48 h a été calculée: 31,4% (22,0 - 45,9 : intervalle de confiance à 95%).

Les résultats obtenus pour le lixiviat de chêne sur le critère toxicologique "immobilisation" ne donnent pas de CE₅₀-24h car il n'y a que 40% d'immobilisation à 100% (concentration la plus élevée testée).

Les données brutes (immobilisation des daphnies en nombre cumulé pour chaque temps d'observation 24 et 48 heures) sont présentées dans le Tableau 35 pour le châtaignier.

Tableau 35 : Effet du lixiviat de châtaignier sur l'immobilisation des daphnies

Châtaignier			
Concentrations nominales de lixiviat (%)	Nombre de daphnies exposées au début	Daphnies immobilisées (%)	
		à 24h	à 48h
Témoin	20	0 (0%)	0 (0%)
5	19	0 (0%)	0 (0%)
10	19	1 (5,3%)	2 (10,5%)
20	20	1(5,0%)	4 (20,0%)
40	20	10 (50,0%)	15 (75,0%)
80	20	10 (50,0%)	19 (95,0%)
100	20	8 (40,0%)	19 (95,0%)

Aucun signe de stress n'a été observé sur les daphnies mobiles après 48 heures d'exposition. Les données brutes ont permis de calculer la CE₅₀ avec le logiciel Minitab 17.2.4.

Les résultats obtenus pour le lixiviat de Châtaignier sur le critère toxicologique "immobilisation" donnent une CE₅₀-48 h de 28,6% (22,6 - 35,7 : intervalle de confiance à 95%). A titre indicatif la CE₅₀-24 h est de 97,2% (59,5 - 174,7 : intervalle de confiance à 95%).

Le Tableau 36 résume les résultats d'immobilisation des daphnies.

Tableau 36 : résumé des concentrations immobilisant les daphnies

Concentration immobilisant 50% des daphnies	CHENE	CHATAIGNER
CE₅₀ -24 h (valeurs exprimées en concentration nominale de lixiviat)	Non applicable	97,2% (59,5 – 174,7)
CE₅₀ -48 h (valeurs exprimées en concentration nominale de lixiviat)	31,4% (22,0 – 45,9)	28,6% (22,6 – 35,7)

Quelles que soient les essences de bois, les effets des lixiviats obtenus avec des éprouvettes de bois non traitées Chêne et Châtaignier, directement sur les daphnies *Daphnia magna* selon la ligne directrice 202 de l'OCDE, en conditions statiques montrent que 40% des daphnies après 24 heures d'exposition ont été immobilisées.

Le lixiviat des bois non traités montre un effet d'écotoxicité après 24 h à partir de 40% de dilution.

Après 48 heures d'exposition, 50% des daphnies ont été immobilisées par des concentrations de lixiviat de 31,4% et 28,6% pour le chêne et le châtaignier respectivement.

7.3 Conclusion

Dans cette étude, la durabilité naturelle du chêne et du châtaigner a été évaluée après délavage des tannins. **Nos résultats démontrent que pour les deux essences, avec ou sans délavage des tannins hydrosolubles, la classe de durabilité retenue est la classe 1 – très durable.**

Nos résultats démontrent pour les deux essences une variabilité des données entre planches. Cette variabilité, dans le cadre de notre essai, semble plus importante pour le châtaigner. Certaines valeurs de perte de masse étant supérieures à 10 ou 15%, une analyse de la distribution des pertes de masse a été réalisée. La distribution se fait comme suit :

Essence	Délavage	Champignon	Classe de durabilité et perte de masse associée (%m/m)	Classe 1 (≤ 5%)	Classe 2 (>5 et ≤ 10%)	Classe 3 (>10 et ≤ 15%)	Classe 4 (>15 et ≤ 30%)	Classe 5 (> 30%)
Chêne	Non	CP	Pourcentage des valeurs individuelles	93,4	3,3	3,3	0	0
		CV		93,4	3,3	0	3,3	0
	EN 84	CP		86,6	10	0	3,4	0
		CV		93,3	6,7	0	0	0
	Shower test	CP		96,7	0	3,3	0	0
		CV		96,7	3,3	0	0	0
Châtaigner	Non	CP		100	0	0	0	0
		CV		100	0	0	0	0
	EN 84	CP		90	6,7	3,3	0	0
		CV		100	0	0	0	0
	Shower test	CP		83,3	10	6,7	0	0
		CV		100	0	0	0	0

La distribution des valeurs individuelles démontrent que jusqu'à 10% des valeurs obtenues classent le chêne (et le châtaigner en moindre mesure) en classe de durabilité 2, 3 ou 4 pour certaines éprouvettes. Etant donné la variabilité observée lors de cette essai, y compris après délavage, **la classification 1, avec une variabilité importante des données, est recommandée.**

L'effet des lixiviats chargés en tannins hydrosolubles a également permis de démontrer une diminution de la croissance d'un champignon de bleuissement et d'un champignon de pourriture.

Globalement, la durabilité naturelle obtenue après délavage des tannins reste inchangée pour le chêne et le châtaigner, même si une variabilité des données est observée. Ainsi, **la part des tannins non délavée semble encore protéger le chêne et le châtaigner.**

Les lixiviats obtenus après délavage entraînent une diminution de la croissance fongique en boîte de pétri. Une valorisation de ces tannins pourrait être envisagée.

Une analyse chimique des tannins délavés ou non suite aux procédés EN 84 et shower test apparaît comme une perspective de travail intéressante. Une identification des tannins présents dans le bois après délavage ou présents dans les lixiviats permettrait également une meilleure compréhension des phénomènes de durabilité et de résistance aux champignons lignivores et lignicoles, chez le chêne et le châtaigner.

Ces résultats sont en accord avec d'autres études déjà menées sur les extractibles du bois et l'effet antimicrobien de ces composés. Ainsi, une étude menée en 2013 a permis de mettre en évidence l'effet antibactérien des extractibles du pin sylvestre et de l'épicéa sur *Escherichia coli*.⁵ De même, d'autres études portant sur les extractibles du pin, du genévrier ou encore du cèdre ont mis en évidence l'effet protecteur sur le bois de ces composés vis-à-vis de l'attaque par les champignons basidiomycètes ou encore par les termites.^{6,7,8} Une étude sur les ellagitannins du chêne avait également démontré l'effet inhibiteur de ces extractibles sur la croissance *in vitro* de champignons de pourriture.⁹

Des tests ont été réalisés pour appliquer ces extractibles au bois et augmenter sa durabilité¹⁰. L'inconvénient majeur de ces composés est qu'il est difficile de les fixer sur le bois. Des tests ont été réalisés via l'utilisation de sels métalliques pour améliorer leur rétention dans le bois^{11,12}.

Une perspective de travail intéressante suite à ces résultats serait donc d'identifier plus en détails les familles de tannins extraites lors des tests de délavage réalisés sur le chêne et le châtaignier et de valoriser les familles de tannins ayant une activité antimicrobienne intéressante.

Les tests sur Daphnies ont montré une écotoxicité des jus d'immersion du chêne et du châtaignier. Parmi les industriels pratiquant le lessivage ou l'aspersion du chêne et du châtaignier contactés pour les besoins de l'enquête (cf 2.1), seule une entreprise a indiqué posséder un dispositif de traitement des eaux chargées en tannins, les eaux étant confiées à la station d'épuration de la commune avec une convention de rejet (pH, DBO, DCO). A noter que la bibliographie signale que les tannins sont des molécules d'intérêt pour la fabrication de coagulants utilisés pour le pré-traitement des eaux usées.

⁵ Vainio-Kaila et al, 2013. Effect of extractives and thermal modification on antibacterial properties of Scots pine and Norway spruce. *International Wood Products Journal*. 4(4):248-252.

⁶ Kennedy et al, 1995. Efficacy of some extractives from Pinus heartwood for protection of Pinus radiata sapwood against biodeterioration. The international research group on wood preservation. IRG/WP 95-30072.

⁷ Eller et al, 2010. Critical fluid extraction of *Juniperus Virginia* L. and bioactivity of extracts against subterranean termites and wood-rot fungi. *Industrial Crops and Products*. 32:481-485.

⁸ Taylor et al, 2006. Effects of heartwood extractive fractions of *Thuja plicata* and *Chamaecyparis nootkatensis* on wood degradation by termites or fungi. *Journal of Wood Sciences*. 52:147-153.

⁹ Hart et Hillis. 1972. Inhibition of wood-rotting fungi by ellagitannins in the heartwood of *Quercus alba*. *Phytopathology*. 62:620-626.

¹⁰ Singh et Singh. 2012. A review on natural products as wood protectant. *Wood Science Technology*. 46:851-870.

¹¹ Militz et Human. 1993. The use of natural and synthetic tannins to improve the dimensional stability and durability of beechwood (*Fagus Sylvatica*). The international research group on wood preservation. IRG/WP 93-30016.

¹² Yamaguchi. 2001. Chemically modified tannin and tannin-copper complexes as preservatives for wood. The international research group on wood preservation. IRG/WP 01-30271.

8. CONCLUSIONS GENERALES

Le chêne et le châtaigner sont deux essences riches en tannins, qui contribuent à leur durabilité naturelle. Au contact de l'eau, les tannins et extraits hydrosolubles peuvent cependant migrer à la surface du bois et provoquer des taches noirâtres.

Pour pallier ce problème, des bloqueurs de tannins, utilisés comme primaire de finition, sont développés et mis sur le marché. Faute de méthode(s) reconnue(s) pour évaluer leurs performances, il est cependant très difficile de sélectionner ces produits et d'en connaître leurs performances.

L'étude avait donc pour objectif i) la mise au point de méthode permettant l'évaluation des bloqueurs, ii) l'évaluation de bloqueurs de tannins et systèmes de finition associés, iii) l'étude de différentes méthodes de nettoyage des surfaces tachées par les tannins, iv) l'étude de l'influence du lessivage de tannins sur la durabilité naturelle du chêne et du châtaigner.

Le programme expérimental de caractérisation des performances de produits du marché limitant les remontées de tannins a débuté par une phase exploratoire permettant d'évaluer différentes méthodes quant à leur aptitude à faire remonter les tannins en surface du bois.

Au terme de cette phase exploratoire, parmi les différentes méthodes testées, la blister box n'a pas donné satisfaction car elle ne permet pas d'exsuder les tannins. La méthode expérimentale XP CEN TS 16498 nous apparaît trop chronophage et éloignée d'une situation en service.

La méthode d'exposition à de la condensation d'eau est intéressante : elle est rapide, et relativement facile à mettre en œuvre.

La méthode par immersion apparaît complémentaire : elle permet de donner des informations sur les quantités de tannins relargués (via la coloration des jus récoltés) et sur l'aspect de la surface testée après essai. Cette méthode est plus sévère que les essais de perméabilité à l'eau NF EN 927-5 qui se font par flottation et non par immersion complète. Elle permet donc de compléter la qualification des bloqueurs.

La performance de neuf produits du marché vendus comme bloqueurs de tannins ou assimilés a été étudiée sur échantillons de chêne et de châtaigner. Un dixième produit (minéralisant transparent) a aussi été investigué puis très vite abandonné par manque de performance. Les 9 bloqueurs provenaient de 6 fabricants (Akzo Nobel, Blanchon, Cromology, PPG, V33, Unikalo). Les bloqueurs A et E étaient transparents tandis que les sept bloqueurs B, C, D, F, G, H et I étaient opaques et blancs.

Les propriétés barrière à l'eau liquide des produits ont été évaluées à travers le test de perméabilité à l'eau liquide (NF EN 927-5). Les résultats ont montré qu'une faible absorption d'eau des bloqueurs était indicatrice de bonnes propriétés barrière vis-à-vis des remontées de tannins. Cela devrait encourager les fabricants de bloqueurs de tannins à évaluer systématiquement cette propriété en vue d'un futur affichage de performances dans les fiches techniques de leurs produits sous la forme de la classe de perméabilité obtenue.

Des tests d'immersion ont complété l'évaluation. Ils se sont montrés très pertinents puisqu'ils permettent d'évaluer la performance des bloqueurs d'une part vis-à-vis du relargage de tannins (coloration ou non des jus récoltés) et vis-à-vis du tachage ou non des surfaces.

Les bloqueurs A, C, D, E, F, G et I ont permis d'éviter le tachage des surfaces après les essais d'immersion. Cependant, contrairement aux autres produits, le revêtement E a conduit à une certaine migration de tannins puisque les jus collectés à l'issue des tests étaient colorés. De nombreuses taches étaient visibles à la surface des échantillons revêtus du bloqueur B et de manière un peu moins prononcée pour le bloqueur H. Les jus collectés pour le bloqueur B étaient également très colorés, même plus que ceux provenant des échantillons de chêne non revêtus. Dans le futur, une mesure de la couleur des jus serait intéressante à investiguer comme critère complémentaire de performance des bloqueurs. Il est recommandé de procéder aux essais d'immersion et de perméabilité sur les mêmes lots de bois, avec des débits similaires, et en utilisant une eau à 25°C. Il a en effet été constaté qu'à une température plus faible la migration de tannins n'était pas toujours visible.

Les bloqueurs de tannins du marché étant destinés à être revêtus de finition, leur résistance aux intempéries a été étudiée en association avec deux finitions en phase aqueuse, l'une transparente et l'autre opaque.

D'une manière générale, les systèmes opaques (bloqueurs blancs revêtus de finition blanche) ont présenté un aspect général après vieillissement satisfaisant. Cependant le système incluant le bloqueur B s'est montré fragile aux niveaux des arêtes vives des éprouvettes permettant une remontée de tannins localisée.

Pour les systèmes transparents (bloqueurs transparents revêtus de finition transparente), l'utilisation du bloqueur A améliorerait l'aspect global.

L'étude de l'influence du lessivage des tannins sur la durabilité naturelle du chêne et du châtaignier a montré que la durabilité naturelle obtenue après délavage du bois (dans les conditions testées) reste inchangée pour le chêne et le châtaignier, même si une variabilité des données est observée. Ainsi, la part des tannins non délavée semble encore protéger le chêne et le châtaignier.

Afin de connaître l'impact environnemental des lixiviats de chêne et de châtaignier, leur effet sur les daphnies a été étudié. Ainsi des daphnies ont été mises en contact avec des jus de chêne et de châtaignier obtenus par une journée d'immersion (1 volume de bois à 12% d'humidité dans 5 volumes d'eau). La concentration qui immobilise 50% des daphnies exposées à chaque lixiviat après 48 heures (CE50-48 h) a ainsi été déterminée. Les résultats montrent un effet d'écotoxicité après 48 heures à partir de 30% de dilution en moyenne pour les deux essences.

Le nettoyage de surfaces tachées par des tannins a été effectué. Pour des surfaces peintes en blanc, l'eau de Javel permet d'atténuer les taches et dans certains cas de retrouver la coloration initiale. En revanche, pour des surfaces recouvertes avec un bloqueur transparent, aucune des solutions testées n'a permis d'éliminer ni même d'atténuer les taches présentes.

Pour les taches visibles sur du bois brut, l'acide oxalique et l'oxone® semblent être les solutions de nettoyage les plus efficaces.

Ces conclusions générales peuvent être complétées par quelques perspectives.

Tout d'abord il est nécessaire de travailler à la définition du terme « bloqueur de tannins » afin d'harmoniser les fiches techniques des produits sur le marché. Cela éviterait l'utilisation de termes trop peu précis dans ces fiches tels que « produit ayant des propriétés isolantes vis-à-vis des tannins » ou « produit limitant les remontées de tannins ». Ce travail peut être entrepris via les groupes de normalisation en charge des peintures et vernis pour le bois (Commission AFNOR T30A Peintures et vernis et CEN/TC139/WG2 Finitions extérieures pour bois).

Toujours au niveau normatif, il est important de travailler à des méthodes simples de qualification des performances des bloqueurs de tannins sur la base de celles développées dans cette étude, éventuellement complétées par des mesures de couleur des jus d'immersion et des études du comportement des bloqueurs vis-à-vis de la vapeur d'eau. Les méthodes développées dans l'étude ont montré leur intérêt face à la méthode de la norme expérimentale XP CEN/TS 16498 compliquée à mettre en œuvre. Ce travail a débuté puisqu'en 2017, les méthodes développées ont été présentées au CEN/TC 139/WG2 lors de ses réunions de mars et septembre. Le CEN/TC139/WG2 a apprécié la pertinence des méthodes et a décidé de faire marche arrière puisqu'il s'apprêtait à publier sous forme de norme européenne la méthode de XP CEN/TS 16498. Celle-ci est donc reconduite pour trois ans sous forme de norme expérimentale en attendant une amélioration de son contenu sur la base de la présente étude.

La mise en place d'un Dossier Technique FCBA « bloqueurs de tannins » favoriserait certainement l'affichage des performances des produits de la part des fabricants de bloqueurs, comme cela a été le cas pour les systèmes de finitions à travers le Dossier technique Finition adossé à l'étude « Finitions 10 ans ».

Eviter les migrations d'extraits colorés à la surface du chêne et du châtaignier pourrait être envisagé par d'autres méthodes que l'utilisation de bloqueurs conventionnels ou en complément de ces produits. Polymériser dans le bois les tannins pourrait être une solution afin de les rendre insolubles dans l'eau. Cette piste nécessite cependant des recherches

appropriées et l'identification préalable des substances colorées présentes dans les jus d'immersion récoltés. Lorsqu'un bloqueur traditionnel est utilisé, les éventuelles substances colorées passant à travers le film protecteur sont potentiellement différentes selon la formulation du bloqueur et selon ses propriétés barrière à l'eau.

En ce qui concerne les préconisations de mise en œuvre du chêne et du châtaignier destinées à éviter les remontées de tannins et conserver l'esthétique, cela ne peut s'envisager que par l'emploi d'un système de finition.

En effet sans aucun revêtement protecteur, le chêne et le châtaignier voient leur aspect modifié lorsqu'ils sont exposés aux intempéries, comme toute essence de bois. Les résultats de vieillissement de cette étude montrent un aspect vieilli plus homogène du châtaignier par rapport au chêne vraisemblablement du fait de l'absence de rayons ligneux. Chez le chêne, les rayons ligneux constituent une barrière anatomique à la migration de tannins. Le débit des bois semble donc influencer la migration de tannins mais l'optimiser pour limiter la migration de tannins grâce aux rayons ligneux n'est pas envisageable.

Conserver l'esthétique des deux essences requiert l'utilisation de finitions et en particulier l'application de bloqueurs de tannins utilisés comme primaire. Les bloqueurs disponibles sur le marché sont majoritairement des produits opaques de couleur blanche, mais peuvent exister aussi en version transparente. Les bloqueurs ayant une classe 1 d'efficacité hydrofuge (déterminée selon NF EN 927-5) se sont montrés les plus inefficaces. Il est donc préconisé d'utiliser des bloqueurs ayant au minimum une classe 2 d'efficacité hydrofuge. Plus la classe d'efficacité hydrofuge est élevée meilleur sera l'effet barrière à l'eau du bloqueur.

Chêne et châtaignier sont deux essences possédant dans leur bois de printemps des vaisseaux de gros diamètre. Ceux-ci constituent un challenge supplémentaire pour le revêtement protecteur puisqu'ils génèrent une microrugosité de surface particulière que le revêtement doit être capable de parfaitement recouvrir pour assurer une protection filmogène continue et d'épaisseur régulière. Tout changement brusque d'épaisseur de film est source de dégradation. Il convient de ce fait d'arrondir les arêtes des composants en bois pour favoriser la durée de vie des revêtements.

9. REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

Anderson A.B. The influence of extractives on tree properties. 1. California redwood. J. Int. Wood Sci. 2:14-34, 1961.

Ayadi N., Charrier B., Irmouli M., Charpentier J.P., Jay Allemand C., Feuillat F. Keller R. Interspecific variability of European oak durability against white rot fungi (*Coriolus versicolor*) : Comparison between sessile oak and peduncle oak (*Quercus petraea* and *Quercus robur*). Document IRG/ WP 01-10393, 8 pages, International Research Group on Wood Protection, 32nd Annual meeting, Nara, Japan, 2001.

Barbat A. Extraction, caractérisation chimique et valorisation biologique de glucuronoxylanes de bois de châtaignier. Développement de nouveaux procédés de délignification. Thèse de l'Université de Limoges. 2009

Bétreminieux I. Stain blocking by wb systems-How does it works ? Cray Valley, Centre de Recherche de l'Oise, 2002.

Burke E., Slavik N. Understanding extractive bleed. Coatingstech, 48-53, March 2010.

Dirol D., Scalbert A. Improvement of decay resistance by tannin impregnation. Document IRG/WP/2380, 13 pages, International Research Group on Wood Protection, 22nd Annual meeting, Kyoto, Japan, 1991.

Frutos P., Hervas G., Giraldez F.J., Mantecon A.R. Review Tannins and ruminant nutrition. Spanish Journal of Agriculture Research, 2(2), 191-202, 2004.

Garg, S.K., Makkar H.P.S., Nagal K.B., Sharma S.K., Wadhawa D.R., Singh B. Toxicological investigations into oak (*Quercus incana*) leaf poisoning in cattle. Vet. Human Toxicol., 34, 161-164, 1992.

Hart J., Willis W.E. Inhibition of Wood-Rotting Fungi by Ellagitannins in the Heartwood of *Quercus alba*. Phytopathology, vol 62:620-626, 1972.

Hernes P.J., Hedges J.I. Tannin signatures of barks, needles, leaves, cones and wood at the molecular level. Geochimica et Cosmochimica Acta, Vol 68, N°6, 1293-1307, 2004.

Hon D.N.-S., Shiraishi N. Wood and cellulosic Chemistry. Marcel Dekker Inc., 1020p, 1991

Iason G.R., Hartley S.E., Duncan A.J. Chemical composition of *Calluna vulgaris* (Ericaceae): do responses to fertilizer vary with phenological stage? Biochem. Syst. Ecol. 21, 315-321, 1993.

Joslyn M.A., Glick Z. Comparative effects of gallotannic acids and related phenolics on the growth of rats. J. Nutrition, 98, 119-126, 1969.

Kimerling A.S., Bhatia S.R. Block copolymers as low-VOC coatings for wood: characterization and tannin bleed resistance. Progress in Organic Coatings, 51 (1), 15-26, 2004.

Lavola A. Accumulation of flavonoids and related compounds in birch induced by UV-B irradiance. Tree Physiology, 18, 53-58, 1998.

Loomis W.D., Bataille J. Plant phenolic compounds and the isolation of plant enzymes. Phytochemistry 5:423-438, 1966.

Makkar H.P.S. Effects and fate of tannins in ruminant animals, adaptation to tannins, and strategies to overcome detrimental effects of feeding tannin-rich feeds. *Small Ruminant Research*, 49, 241-256, 2003.

Makkar H.P.S. Effects and fate of tannins in ruminant animals, adaptation to tannins, and strategies to overcome detrimental effects of feeding tannin-rich feeds. *Small Ruminant Research*, 49, 241-256, 2003.

Militz H., Homan W.J. The use of natural and synthetic tannins to improve the dimensional stability and durability of beechwood (*Fagus sylvatica*). Document IRG/WP 93-30016, 17 pages. International Research Group on Wood Protection, 24th Annual meeting, Orlando, USA, 1993.

Rahim A., Kassim J. Recent development of vegetal tannins in corrosion protection of iron and steel. *Recent Patents on Materials Science*, 1, 223-231, 2008.

Rhoades D.F. Evolution of plant chemical defence against herbivores. In : *Herbivores and their interactions with secondary plant metabolites*. Academic Press, NY, USA, pp3-54, 1979.

Rudman P. The causes of natural durability in timber. VIII. The causes of decay resistance in tallowwood, white mahogany and mountain ash. *Holzforschung* 15:56-61, 1962.

Scalbert A., Monties B., Favre J.M. Polyphenols of *Quercus* adult tree and in vitro grown calli and shoots. *Phytochemistry*, 27-11, 1988.

Scalbert A., Monties B., Janin G. Tannins in wood. Comparison of different estimation methods. *Journal of Agriculture and Food Chemistry*. 37:1324-1324, 1989.

Scheffer T.C., Cowling E.B. Natural resistance of wood to microbial deterioration. *Annu. Rev. Phytopathol.*, 4:147-170, 1966.

Sen S., Tascioglu C., Tirak K. The comparison of fixation and leachability of bark, fruits and leaf tannin extracts with boron metals. Document IRG/WP 08-30473, 12 pages. International Research Group on Wood Protection, 39th Annual meeting, Istanbul, Turkey, 2008.

Singh T. Singh A.P. A review on natural products as wood protectant. *Wood Sci. Technol*, 46/851-870, 2012.

Smith A.L., Campbell C.L., Walker B., Hanover J.W. Extracts from black locust as wood preservatives: extraction of decay resistance from black locust heartwood. *Holzforschung* 43: 293-296, 1989.

Thaler N., Humar M. Changes of fungicidal, mechanical and sorption properties of wood during above ground outdoor exposure. Document IRG/WP 13-20513, 12 pages. International Research Group on Wood Protection, 44th Annual meeting, Stockholm, Sweden, 2012.

Tharayil N. Suseela V., Triebwasser D.J., Preston C.M., Gerard P.D., Dukes J.S. Changes in the structural composition and reactivity of *Acer rubrum* leaf litter tannins exposed to warming and altered precipitation: climatic stress-induced tannins are more reactive *New Phytologist*, vol 191, Issue 1, p132-145, 2011.

Yamaguchi H. Chemically modified tannin and tannin-Copper Complexes as preservatives for wood. Document IRG/WP 01-30271, 13 pages. International Research Group on Wood Protection, 32nd Annual meeting, Nara, Japan, 2001.

Zelinka S.L., Stone D.S. The effects of tannins and pH on the corrosion of steel in wood extracts. *Materials and Corrosion* 62, N° 8, 739-744, 2011.