Lignine et composés extractibles du bois et de l'écorce du sequoia sempervirens

LATORRE Loïc, CHARRIER Bertrand[1]

[1] IPREM – Université de Pau et des Pays de l'Adour, E25 UPPA, CNRS, IPREM, Mont de Marsan, France
llatorre@univ-pau.fr

Mots clefs : sequoia sempervirens, lignine, extractibles totaux

Introduction

La lignine, un polymère phénolique complexe, est un composant essentiel des parois cellulaires végétales secondaires. Elle confère rigidité, hydrophobicité et résistance aux attaques biologiques, agissant comme un liant entre les microfibrilles de cellulose et les hémicelluloses, comme montré par Boerjan et al (2003). Pour quantifier cette lignine "insoluble", la méthode de Klason est une technique de référence historique. Elle repose sur une hydrolyse acide forte qui dissout les polysaccharides, laissant la fraction de lignine non dissoute, comme montré par Dence (1992).

En complément de la lignine, les composés extractibles constituent une fraction essentielle de la biomasse ligneuse. Pour une caractérisation complète, la quantification est réalisée selon les normes de la TAPPI (Technical Association of the Pulp and Paper Industry), qui utilise une série d'extractions en fonction de l polarité. Une première extraction à l'éther de pétrole cible les substances lipophiles telles que les cires et les résines. Elle est suivie d'une extraction au mélange toluène-éthanol qui permet de récupérer des composés de polarité moyenne comme les phénols et les tanins. Enfin, une extraction à l'eau chaude permet de solubiliser des composés très polaires tels que les sucres simples, les sucs minéraux et certains tanins hydrolysables, comme montré par TAPPI T 204 cm-07 (2007). Ces extractibles jouent un rôle crucial dans la protection des arbres contre les pathogènes, les insectes et le feu, comme montré par Taylor (2006).

Des études sur diverses essences forestières ont montré une variation interspécifique significative de la teneur en lignine. Par exemple, chez le peuplier (*Populus tremuloides*), Dence (1992) a rapporté des valeurs typiques de 22 à 27 % de la masse sèche. Le pin maritime (*Pinus pinaster*), une essence résineuse abondante, affiche une teneur en lignine Klason généralement comprise entre 25 et 29 %, comme montré par Sjöström (1993), tandis que la teneur en lignine de l'eucalyptus (*Eucalyptus globulus*) peut atteindre 30 %, en partie en raison d'une lignine plus condensée, comme montré par Fengel et Wegener (1989) et Vanholme et al. (2010). Ces variations ne sont pas uniquement liées à l'espèce, mais aussi à l'âge de l'arbre, au type de tissu (duramen vs. aubier) et aux conditions de croissance (climat, sol, nutrition).

Le séquoia à feuilles d'if (*Sequoia sempervirens*), réputé pour sa longévité et sa résistance aux attaques biologiques (champignons et insectes), est étonnamment peu caractérisé sur le plan chimio-analytique, en particulier concernant sa teneur en lignine et ses composés extractibles. Mesurer la teneur en lignine Klason et la quantité d'extractibles du bois et de l'écorce de cette espèce permettrait d'enrichir les bases de données afin de mieux caractériser les matériaux forestiers et d'ainsi mieux les transformer et valoriser au sein de diverses filières et usages, comme la pâte à papier, la bioénergie ou la chimie du bois. Ce travail a donc pour objectif de

quantifier ces teneurs, de les comparer en fonction des tissus et de les situer par rapport à d'autres essences, ouvrant ainsi la voie à une meilleure valorisation durable du bois de séquoia.

Matériels et méthodes

Préparation de l'échantillon

Les échantillons de bois de *Sequoia sempervirens* sont issues de résidus de sciage du duramen d'un arbre de 38 ans abattu en avril 2024 sur la commune de Montagut (64), les écorces ont été prélevées sur un arbre de 55 ans sur la commune d'Arudy (64). Ces particules sont tamisées pour ne retenir que la fraction comprise entre 0,425 et 1 mm. Avant toute analyse, les échantillons sont séchés à l'étuve à 60°C pendant 24 heures pour éliminer l'humidité et obtenir une masse constante. Les mesures sont effectuées en triplicat.

Quantification des composés extractibles

Extraction à l'éther de pétrole : Une masse connue d'échantillon est soumise à une extraction au Soxhlet avec de l'éther de pétrole pendant 6 heures. Ce solvant apolaire permet de solubiliser les composés lipophiles tels que les cires, les résines et les acides gras. Le solvant est ensuite évaporé et récupéré avec un évaporateur rotatif, puis le résidu en extrait sec est pesé pour calculer sa teneur en pourcentage par rapport à la biomasse anhydre de départ.

Extraction au toluène-éthanol : Le même échantillon, une fois libéré des composés apolaires, est extrait au Soxhlet avec un mélange de toluène et d'éthanol (2:1, v/v) pendant 8 heures. Ce mélange de solvants de polarité intermédiaire permet de récupérer les phénols, les stérols et les tanins.

Extraction à l'eau chaude : Enfin, le résidu d'extraction est extrait au soxhlet avec de l'eau distillée pendant 12 heures, afin d'extraire les sucres solubles, les composés minéraux et d'autres tanins hydrosolubles.

Chaque fraction extraite est séchée et pesée individuellement pour déterminer la teneur massique de chaque catégorie de composés.

Dosage de la lignine Klason

La lignine de Klason, qui correspond à la fraction de lignine insoluble, est quantifiée à partir des échantillons ayant subi les extractions successives détaillée ci-dessus, suivant la norme TAPPI T 222 (2006). Cette méthode repose sur l'hydrolyse acide :

Une masse connue d'échantillon dont les extraits ont été éliminés est traitée avec une solution d'acide sulfurique à 72 % à 30°C pendant 1 heure. Cette étape permet de solubiliser les polysaccharides (cellulose et hémicelluloses) tout en préservant la structure de la lignine.

Après refroidissement, le précipité de lignine insoluble (lignine de Klason) est filtré sur un creuset fritté, lavé à l'eau distillée jusqu'à neutralité, puis séché à 105°C jusqu'à masse constante. La teneur en lignine de Klason est calculée à partir de la masse de ce résidu sec obtenu.

Résultats et discussions :

Composés extractibles

La haute teneur en extractibles du duramen de séquoia, totalisant 24,13 % selon l'analyse séquentielle TAPPI T 204, se révèle être un trait distinctif. Cette composition se caractérise par une forte proportion de composés lipophiles (11,14 %) et de polarité intermédiaire (8,40 %), qui dominent par rapport à la fraction hydrophile (4,60 %). Cette répartition est notablement différente de celle observée chez d'autres espèces. Par exemple, le chêne du Portugal (*Quercus*

faginea) possède une teneur totale en extractibles comparable (environ 19 %), mais ceux-ci sont majoritairement polaires, avec une fraction lipophile minime, comme montré par Miranda et al. (2017).

Tab.1 : Teneur en extractibles du duramen de sequoia sempervirens

solvant	éther pétrole	Toluène : éthanol	eau	extractibles totaux
séquoia (N=3)	11,14 %	8,40 %	4,60 %	24,13 %
variance	0,07 %	0,04 %	0,00 %	0,01 %

Le duramen de séquoia se distingue également par des valeurs bien supérieures à celles du pin sylvestre (*Pinus sylvestris*) et de l'épicéa (*Picea abies*), où les teneurs totales sont respectivement de 0,2 à 4 % et de 1,1 à 1,8 %, comme montré par Willför et al. (2018). Cette richesse en extractibles, en particulier la fraction lipophile, contribue probablement à la durabilité naturelle du séquoia et justifie des analyses plus approfondies (GC-MS, HPLC) pour identifier les composés spécifiques responsables de ces propriétés.

Teneur en lignine Klason

L'analyse de la teneur en lignine de Klason a révélé une disparité notable entre le duramen et l'écorce de séquoia, comme indiqué dans le Tab. 2.

Tab. 2 : Teneur en lignine de Klason du duramen et de l'écorce de *Sequoia sempervirens*

Compartiment	Taux de lignine	variance
Duramen	41,72 %	0,5 %
Écorce	47,21 %	0,13 %

Cette concentration accrue en lignine dans l'écorce est cohérente avec les observations faites sur d'autres espèces. Par exemple, une étude sur le chêne liège (*Quercus suber*) a montré que l'écorce possède une teneur en lignine plus élevée que le bois, renforçant sa fonction de barrière protectrice. De même, chez le pin maritime (*Pinus pinaster*), l'écorce est connue pour sa forte teneur en lignine, ce qui contribue à sa résistance au feu et aux attaques d'insectes.

La teneur en lignine du duramen de séquoia, bien que plus faible que celle de son écorce, se situe dans la fourchette haute des valeurs typiques pour les bois de résineux. En comparaison, le pin sylvestre (*Pinus sylvestris*) présente généralement un taux de lignine d'environ 27-29 %, tandis que l'épicéa (*Picea abies*) se situe autour de 26-28 %, comme montré par Elleuch et Sofien (2024). La forte lignification du duramen de séquoia pourrait donc être un facteur clé de sa durabilité structurelle et de sa résistance aux contraintes environnementales.

Conclusion

Le duramen de séquoia se distingue par une composition chimique unique, caractérisée par une teneur en extractibles très élevée (24,13 %), en particulier dans les fractions lipophiles, ce qui est significativement supérieur à de nombreuses autres espèces. Cette richesse en extraits, probablement liée à la présence de résines et de composés phénoliques, est un facteur clé de sa durabilité naturelle élevée. Parallèlement, les analyses ont révélé que la teneur en lignine de Klason est plus élevée dans l'écorce (47,21 %) que dans le duramen (41,72 %). Cette forte lignification de l'écorce joue un rôle crucial dans sa fonction de barrière protectrice, conférant au séquoia une résistance accrue aux agressions externes tant physiques que biologiques.

Remerciements

Nous tenons à remercier le CNPF (Centre National de la Propriété Forestière) Nouvelle Aquitaine pour sa participation dans l'inventaire des parcelles de sequoia. Nous remercions MM. Lannux et Merville pour l'autorisation d'accéder à leurs parcelles.

Références

Boerjan W, Ralph J, Baucher M (2003) Lignin biosynthesis, Annual Review of Plant Biology, 54: 519–546.

Dence CW (1992) The determination of lignin. In S. Y. Lin & C. W. Dence (Eds.), Methods in Lignin Chemistry (pp. 33–61). Springer, Berlin, Heidelberg.

Elleuch S (2024) Étude des variations des propriétés physiques et chimiques du bois du pin sylvestre (*Pinus sylvestris* L.), (Mémoire de maîtrise), Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue. Depositum.

Fengel D, Wegener G (1989), Wood: Chemistry, Ultrastructure, Reactions. Walter de Gruyter, Berlin/New York: 626 p.

Morais MC, Pereira H (2012) Variation of extractives content in heartwood and sapwood from *Eucalyptus globulus* Labill, Wood and Fiber Science, 44(2): 69–77.

Sjöström E (1993) Wood Chemistry: Fundamentals and Applications (2nd ed.). Academic Press: 293p.

TAPPI T 204 cm-07 (2007) Solvent extractives of wood and pulp. Technical Association of the Pulp and Paper Industry (TAPPI), Atlanta, GA.

TAPPI T 222 om-06 (2006) Acid-insoluble lignin in wood and pulp. Technical Association of the Pulp and Paper Industry (TAPPI), Atlanta, GA.

TAPPI T 264 cm-07 (2007) Preparation of wood for chemical analysis. Technical Association of the Pulp and Paper Industry (TAPPI), Atlanta, GA.

Taylor AM, Gartner BL, Morrell JJ (2002) Heartwood formation and natural durability—A review, Wood and Fiber Science, 34(4): 587–611.

Taylor AM, Gartner BL, Morrell JJ 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.

Vanholme R, Demedts B, Morreel K, Ralph J, Boerjan W (2010) Lignin biosynthesis and structure. Plant Physiology, 153(3): 895–905.

Willför S, Hemming J, Reunanen M, Holmbom B (2003) Phenolic and lipophilic extractives in Scots pine knots and stemwood, Holzforschung, 57(4): 359–372.