

ROYAUME DU MAROC

OFFICE MAROCAIN DE LA PROPRIETE (19)
INDUSTRIELLE ET COMMERCIALE



المملكة المغربية

المكتب المغربي
للملكية الصناعية والتجارية

(12) BREVET D'INVENTION

(11) N° de publication : **MA 41078 B1** (51) Cl. internationale : **B27K 3/50; B27K 3/34**
(43) Date de publication : **30.08.2019**

(21) N° Dépôt : **41078**
(22) Date de Dépôt : **21.09.2017**
(71) Demandeur(s) : **Université Sidi Mohamed Ben Abdellah, Route d'immouzer BP2626, fès, 30000 (MA)**
(72) Inventeur(s) : **SADIKI Moulay ; IBNSOUDA SAAD ; EL ABED SOUMYA ; LACHKAR MOHAMMED**
(74) Mandataire : **IBNSOUDA SAAD**

(54) Titre : **Bio-formulation pour la préservation du bois**
(57) Abrégé : L'invention s'inscrit dans le cadre de la préservation du patrimoine, en particulier, celui du bois patrimonial. La présente invention concerne le traitement du bois par une composition d'huiles essentielles. Les huiles essentielles des espèces suivantes Myrtus communis et Mentha pulegium sont à la base d'une formulation répondant à l'objectif de notre invention. Il s'agit d'une bio-formulation qui par application sur le bois, lui confère de bonnes propriétés physicochimiques (hydrophobicité et le caractère donneur d'électrons), se manifestant dans une activité antiadhésive vis-à-vis des microorganismes responsables de la biodégradation du bois. Le traitement par ladite formulation est effectué au sein d'une chambre isolée contenant notre produit avec l'article à traiter.

Titre : Bio-formulation pour la préservation du bois**Abrégé :**

L'invention s'inscrit dans le cadre de la préservation du patrimoine, en particulier, celui du bois patrimonial. La présente invention concerne le traitement du bois par une composition des huiles essentielles du *Myrtuscommunis* et *Mentha pulegium* qui sont à la base d'une formulation répondant à l'objectif de ladite invention. Il s'agit d'une bio-formulation qui par application sur le bois, lui confère de bonnes propriétés physicochimiques (l'hydrophobicité et le caractère donneur d'électrons), se manifestant dans une activité antiadhésive vis-à-vis des microorganismes responsables de la biodégradation du bois. Le traitement par ladite formulation est effectué au sein d'une chambre isolée contenant ledit produit avec l'article à traiter.

Titre : Bio-formulation pour la préservation du bois

DESCRIPTION

1- Domaine technique auquel se rapporte l'invention :

L'invention s'inscrit dans le cadre de la préservation du bois, en particulier le patrimonial celui des monuments historiques, utilisant une formulation biologique à base de l'huile essentielle de deux plantes *Myrtus communis* et *Mentha pulegium*. Ladite formulation confère au bois une forte hydrophobicité et un caractère donneur d'électrons important conduisant à un matériau antiadhésif vis-à-vis des microorganismes responsables de sa pourriture et de sa biodétérioration.

2- Etat de la technique antérieure :

Le bois est largement utilisé dans la construction de nombreux édifices faisant partie de patrimoine d'une grande importance culturelle, historique, archéologique, artistique et spirituelle. Cependant, comme toutes les surfaces inertes, ce matériau est un site potentiel pour l'adhésion et la formation des biofilms par des microorganismes (bactéries champignons) qui produisent des enzymes hydrolytiques capables de décomposer ses constituants, en provoquant ainsi l'altération de ses propriétés esthétiques, mécaniques, physicochimiques et la diminution de sa durabilité et, par conséquent, sa biodétérioration (voir annexe1 : Fazio *et al.* 2010, Ortiz *et al.* 2014).

Depuis plusieurs décennies, il est souhaitable de produire des produits de bois présentant un aspect esthétiquement agréable et de bonnes propriétés de résistance à l'attaque des agents microbiens. De ce fait, plusieurs approches de préservation et de stabilisation du bois, basées sur les méthodes chimiques ou physiques ont été utilisées.

Traditionnellement, les solutions chimiques contenant des métaux ou des sels métalliques tels l'arséniate de cuivre chromé (CCA), l'arséniate de cuivre ammoniacal (ACA), le cuivre-chrome (CC), le cuivre-chrome-bore (CCB), le fluor-chrome-arsenic-phénol (FCAP), la créosote et d'autres sont utilisés par l'industrie dans le but de protéger et préserver le bois vis-à-vis des attaques fongiques et bactériennes (voir annexe1: Richardson et Hodge 2005). Laks et Heiden (2004) ont également utilisé dans leur invention des nanoparticules à base de tébuconazole, appartenant à la famille des triazoles (annexe1). Ces conservateurs non seulement assurent la protection et permettent d'améliorer considérablement les propriétés

du bois traité, mais malheureusement, leur utilisation confèrent une couleur indésirable au bois, l'utilisation du CCA entraîne le craquement du bois. La créosote quant à elle augmente l'allumage du feu, ce qui est dangereux en cas d'incendie. L'inconvénient majeur des traitements chimiques du bois est la non-dégradabilité naturelle des produits utilisés, leurs retombées négatives sur l'écosystème et leur toxicité excessive sur l'environnement (annexe1 : Wikberg et Maunu 2004). De ce fait, ils font l'objet de restrictions de plus en plus importantes voire d'interdiction pure et simple pour certains produits par la mise en place de la Directive biocide (98/8/CE) et de la prise de conscience collective pour la protection de l'environnement dans plusieurs pays en Europe et aux Etats –Unis.

Une autre technique couramment utilisée consiste en l'application des compositions colorantes contenant des pigments inorganiques et/ou organiques sous forme de particules micronisées et qui peuvent être utilisées avec conservateurs métalliques ou organiques. Ces compositions peuvent contenir aussi les biocides inorganiques et/ou organiques sous forme d'émulsion ou en solution (annexe1: Zhang et Wenjin 2006).

En outre, des méthodes physiques telles que le traitement thermique qui consiste à exposer le bois à des températures comprises entre 180°C et 240°C sous atmosphère a été utilisé. En fait, Bakar *et al.*(2013) (annexe1) ont rapporté l'effet du traitement thermique à des températures de 120°C et 180°C pendant 2h et 8h sur les propriétés physicochimiques et mécaniques de différentes espèces du bois. En outre, Araujo *et al.* (2016), (annexe1) ont investigué l'influence du traitement thermique sous vide et sous azote, à différentes températures allant de 120°C à 220°C, sur le bois. Leurs résultats expérimentaux ont démontré que même si ce traitement améliore la stabilité dimensionnelle et la durabilité du bois traité, la forte odeur de ce matériau et la baisse de ses propriétés mécaniques restent ses inconvénients. Les résultats similaires ont été rapportés dans les travaux de Kamperidou *et al.*(2013), (annexe1). Ainsi, l'industrie de la préservation du bois s'intéresse de plus en plus aux conservateurs non traditionnels et à des produits plus propres et plus respectueux de l'environnement.

3- Exposé de l'invention, avantages par rapport à l'état antérieur

Le développement de surfaces antiadhésives par la modification de leurs propriétés physicochimiques (hydrophobicité et acide-base) est le moyen le plus simple et le plus important pour influencer et réduire l'interaction des microorganismes (cellules planctoniques) avec les supports et par conséquent la lutte contre l'adhésion et la formation

des biofilms. Ainsi, l'invention concerne une formulation bio à base d'huiles essentielles extraites à partir de deux plantes médicinales et aromatiques le *Myrtus communis* et la *Mentha pulegium* dans un mélange qui confère au bois à la fois une forte hydrophobicité, par conséquent une diminution de son hygroscopicité et un caractère donneur d'électrons très important lui conférant la propriété de répulsion et une activité antiadhésive intéressante vis-à-vis des champignons et bactéries (donneurs d'électrons) responsables de la biodégradation du bois.

C'est une formulation biologique à des propriétés antimicrobiennes et antiadhésives importantes contenant des produits propres respectueux de l'environnement et qui s'appliquent simplement par vapeur à la surface du bois.

4- Exposé détaillé du mode de réalisation de l'invention :

La bio-formulation objet de la présente invention, peut être réalisée à travers les étapes suivantes :

1. Les huiles essentielles utilisées sont celle du *Myrtus communis* et de la *Mentha pulegium*.
2. L'application de la méthodologie des plans d'expériences ou encore méthode du plan de mélange ayant pour objectif l'étude d'une ou de plusieurs variables dépendantes (appelées réponses) en fonction des variables indépendantes (facteurs) représentées par les proportions des constituants du mélange.
3. Le plan de mélange utilisé dans ce travail est un plan centré augmenté sans contraintes, représenté par un triangle équilatéral (Figure 1). Les points de 1-7 caractéristiques du plan de mélange centré, comprennent ; les produits purs 1, 2 et 3, les mélanges moitié-moitié de deux produits purs 4, 5 et 6 et le mélange contenant un tiers de chaque produit pur (7; point central). Ce plan est augmenté par les centres de gravités des quatre simplex unitaires. Bien que le centre de gravité d'un des simplex soit occupé par le point central, il reste à ajouter trois points (8; 9 et 10) pour construire le plan de mélange centré augmenté. Chaque point (1-10) correspond à une expérience qui a été exécutée en testant l'effet de la combinaison sur les caractéristiques physicochimiques du bois en utilisant l'angle de contact. Les expériences ont été réalisées à plusieurs reprises pour la garantie des essais.
4. La caractérisation physicochimique de la surface du bois, après traitement est réalisée par la méthode de l'angle de contact (GBX France). En effet, quand une

goutte de liquide est déposée sur une surface solide plane, l'angle (θ) entre la tangente à la goutte au point de contact et la surface solide est appelé angle de contact. Cet angle rend compte de l'aptitude d'un liquide à s'étaler sur une surface par mouillabilité et dépend des interactions entre le liquide et le solide. Thomas Young 1805 propose une relation afin de rendre compte de ce phénomène. La forme de la goutte est déterminée par les tensions de surface (γ) et interfaciales des trois phases en présence (liquide/air/solide) (Figure 2). C'est une méthode qui permet d'accéder à l'énergie libre de surface et de déterminer la nature polaire ou apolaire des interactions à l'interface liquide solide. C'est ainsi qu'on peut déduire le caractère hydrophile ou hydrophobe d'une surface, l'énergie libre de surface et ses caractères donneur/accepteur d'électrons en utilisant trois liquides purs (eau, formamide et diiodométhane) de caractéristiques énergétiques connues (Tableau 1) et par l'application des équations suivantes :

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

où :

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

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

γ_S^+ : Composante(s) accepteur d'électrons de la surface ;

γ_L^+ : Composante(s) accepteur d'électrons du liquide ;

γ_S^- : Composante(s) donneur d'électrons de la surface ;

γ_L^- : Composante(s) donneur d'électrons du liquide.

Tableau 1 : Caractéristiques énergétiques (en mJ/m^2) des liquides utilisés pour la mesure des angles de contact (Van Oss 1994)

Liquide	Formule	$\gamma^{LW}(\text{mJ}/\text{m}^2)$	$\gamma^+(\text{mJ}/\text{m}^2)$	$\gamma^-(\text{mJ}/\text{m}^2)$
Eau	H_2O	21.6	25.4	25.4
Formamide	CH_3NO	38.7	2.3	39.4
Diiodométhane	CH_2I_2	50.5	0.7	0.0

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

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

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

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

Avec (γ^{LW}) composante de Lifshitz-Van der waals de la surface (i), (γ^+) composante d'accepteur d'électrons et (γ^-) composante de donneur d'électrons.

5. Les critères de sélectivité étudiés sont : l'angle de contact vis-à-vis de l'eau (θ_w), le caractère accepteur d'électrons (γ^+), le caractère donneur d'électrons (γ^-) et l'énergie libre de surface (ΔG_{iwi}).

La relation entre la réponse (critère de sélectivité) et les facteurs peut être corrélée selon plusieurs modèles mathématiques :

- Modèle linéaire (Premier degré)

$$Y = a_1 X_1 + a_2 X_2 + a_3 X_3$$

- Modèle quadratique (Deuxième degré)

$$Y = a_1 X_1 + a_2 X_2 + a_3 X_3 + a_{12} X_1 X_2 + a_{13} X_1 X_3 + a_{23} X_2 X_3$$

- Modèle spécial cubique (Troisième degré)

$$Y = a_1 X_1 + a_2 X_2 + a_3 X_3 + a_{12} X_1 X_2 + a_{13} X_1 X_3 + a_{23} X_2 X_3 + a_{123} X_1 X_2 X_3$$

Les données obtenues sont soumises à une analyse statistique via deux logiciels SAS JMP 8.0.1 et STATISTICA 8, le meilleur modèle a été choisi pour chaque réponse.

6. Optimisation : la fonction de désirabilité ainsi que le profileur de mélange ont été exécutés afin de déterminer les optimums pour l'hydrophobicité (θ_w) et le caractère donneur d'électrons (γ^-).
7. L'évaluation de l'activité antiadhésive de ladite formulation est réalisée par le microscope électronique à balayage environnemental.
8. La vérification de l'effet de la formulation optimale sur la physicochimie du bois ainsi que sur son activité antiadhésive vis-à-vis des microorganismes destructeurs du bois.

Ainsi, la formulation obtenue confère au bois à la fois une forte hydrophobicité (θ_w) allant de 90° à 102.57° et un caractère donneur d'électron important (γ^-) compris entre 10 mJ/m^2 et 11.05 mJ/m^2 , par conséquent, une activité antiadhésive très intéressante. Ladite

formulation est tel un mélange de 40% à 45% d'huile essentielle de *M. communis* (HE2), 55% à 60% de celle de *M. pulegium* (HE3). HE1 est celle de *T. vulgaris*.

Le traitement par ladite formulation est effectué pendant 6 à 10 heures au sein d'une chambre isolée contenant notre produit à raison de 750 $\mu\text{l}/\text{m}^2$ avec l'article à traiter à la température de $25 \pm 2^\circ\text{C}$.

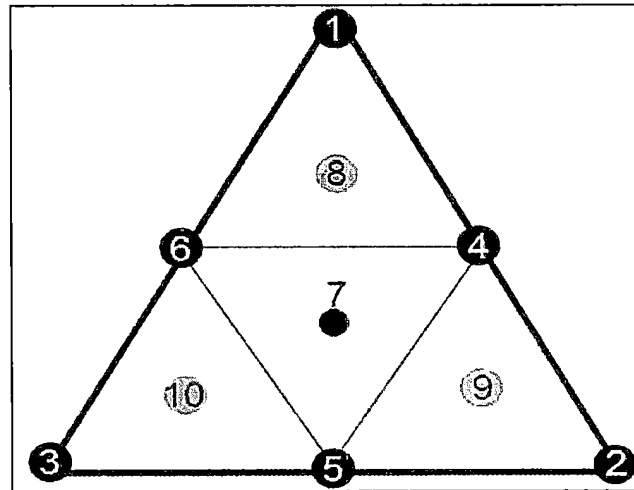
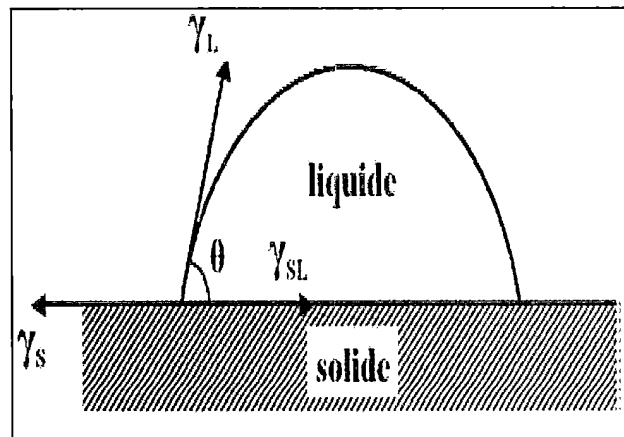
Titre : Bio-formulation pour la préservation du bois**Revendications :**

1. L'invention concerne une bio-formulation à base d'huile essentielle de deux plantes aromatiques et médicinales le *Myrtus communis* et la *Mentha pulegium* pour traitement en vue de préserver le patrimoine en particulier le bois patrimonial.
2. Ladite bio-formulation selon la revendication 1, caractérisée en ce qu'elle contient 40% à 45% de l'huile essentielle de *M. communis* et 55% à 60% de celle de *M. pulegium*.
3. Le traitement par ladite bio-formulation selon les revendications 1 et 2, est effectué au sein d'une chambre isolée contenant la bio-formulation et l'article à traiter, pendant une durée comprise entre 6 et 8 heures, à la température de $25 \pm 2^\circ\text{C}$.
4. Ladite bio-formulation selon les revendications 1, 2 et 3, est caractérisée par son effet sur l'hydrophobicité du bois (θ_W), située dans un intervalle de 90 à 102.57° réduisant de ce fait son énergie libre de surface.
5. Ladite bio-formulation selon les revendications 1, 2 et 3, caractérisée en ce qu'elle confère au bois un caractère donneur d'électron dans l'intervalle de 10 à 11.05 mJ/m².
6. Ladite bio-formulation selon les revendications 3, 4 et 5, caractérisée par une activité antiadhésive importante vis-à-vis des microorganismes responsables de la bio-détérioration du bois.

Description du brevet d'invention

Titre : Bio-formulation pour la préservation du bois

Dessins:

*Figure 1 : Plan de mélange centré augmenté**Figure 2 : Représentation du modèle de Young, mesure de l'angle de contact liquide/solide.*

ROYAUME DU MAROC

OFFICE MAROCAIN DE LA PROPRIETE
INDUSTRIELLE ET COMMERCIALE

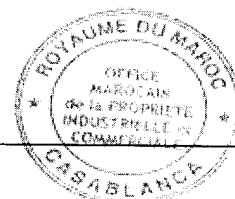


المملكة المغربية

المكتب المغربي
للملكية الصناعية والتجارية

**RAPPORT DE RECHERCHE
AVEC OPINION SUR LA BREVETABILITE**
(Conformément aux articles 43 et 43.2 de la loi 17-97 relative à la
protection de la propriété industrielle telle que modifiée et
complétée par la loi 23-13)

Renseignements relatifs à la demande	
N° de la demande : 41078	Date de dépôt : 21/09/2017 ;
Déposant : Université Sidi Mohammed Ben Abdellah	
Intitulé de l'invention : Bio-formulation pour la préservation du bois	
Le présent document est le rapport de recherche avec opinion sur la brevetabilité établi par l'OMPIC conformément aux articles 43 et 43.2, et notifié au déposant conformément à l'article 43.1 de la loi 17-97 relative à la protection de la propriété industrielle telle que modifiée et complétée par la loi 23-13.	
Les documents brevets cités dans le rapport de recherche sont téléchargeables à partir du site http://worldwide.espacenet.com , et les documents non brevets sont joints au présent document, s'il y en a lieu.	
Le présent rapport contient des indications relatives aux éléments suivants :	
Partie 1 : Considérations générales	
<input checked="" type="checkbox"/> Cadre 1 : Base du présent rapport	
<input type="checkbox"/> Cadre 2 : Priorité	
<input type="checkbox"/> Cadre 3 : Titre et/ou Abrégé tel qu'ils sont définitivement arrêtés	
Partie 2 : Rapport de recherche	
Partie 3 : Opinion sur la brevetabilité	
<input type="checkbox"/> Cadre 4 : Remarques de clarté	
<input checked="" type="checkbox"/> Cadre 5 : Déclaration motivée quant à la Nouveauté, l'Activité Inventive et l'Application Industrielle	
<input type="checkbox"/> Cadre 6 : Observations à propos de certaines revendications dont aucune recherche significative n'a pu être effectuée	
<input type="checkbox"/> Cadre 7 : Défaut d'unité d'invention	
Examineur: M. Bendaoud	Date d'établissement du rapport : 30/03/2018
Téléphone: 212 5 22 58 64 14/00	



Partie 1 : Considérations générales		
Cadre 1 : base du présent rapport		
Les pièces suivantes de la demande servent de base à l'établissement du présent rapport :		
<ul style="list-style-type: none"> • <u>Description</u> 6 Pages • <u>Revendications</u> 6 • <u>Planches de dessin</u> 1 Page 		
Partie 2 : Rapport de recherche		
Classement de l'objet de la demande :		
CIB : B27K3/34 ; B27K3/50		
Bases de données électroniques consultées au cours de la recherche :		
EPOQUE, Orbit		
Catégorie*	Documents cités avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	N° des revendications visées
A	FR3016767; 31/07/2015; DE SALINS JEAN-CHRISTOPHE	1-6
A	"Insecticidal effects of essential oils against Hessian fly, <i>Mayetiola destructor</i> (Say)" ; 05/06/2001; IA Lamiri S Lhaloui B Benjlali M Berrada https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0378429001001393	1-6
A	KR20020025152; 03/042002; NATUROBIOTECH CO LTD [KR]	1-6
A	"Nematicidal Activity of Plant Essential Oils against <i>Bursaphelenchus xylophilus</i> (Nematoda: Aphelenchoididae)" ; 02/06/2006; Jung-Ok Kong Sang-Myung Lee Yil-Seong Moon Sang-Gil Lee Young-Joon Ahn https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1226861508602897/pdf?md5=95256ead6455e9dea0215f218c433cd5&pid=1-s2.0-S1226861508602897-main.pdf	1-6
*Catégories spéciales de documents cités :		

-« X » document particulièrement pertinent ; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément
-« Y » document particulièrement pertinent ; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier
-« A » document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent
-« P » documents intercalaires ; Les documents dont la date de publication est située entre la date de dépôt de la demande examinée et la date de priorité revendiquée ou la priorité la plus ancienne s'il y en a plusieurs
-« E » Éventuelles demandes de brevet interférentes. Tout document de brevet ayant une date de dépôt ou de priorité antérieure à la date de dépôt de la demande faisant l'objet de la recherche (et non à la date de priorité), mais publié postérieurement à cette date et dont le contenu constituerait un état de la technique pertinent pour la nouveauté

Partie 3 : Opinion sur la brevetabilité

Cadre 5 : Déclaration motivée quant à la Nouveauté, l'Activité Inventive et l'Application Industrielle

Nouveauté (N)	Revendications 1-6 Revendications aucune	Oui Non
Activité inventive (AI)	Revendications 1-6 Revendications aucune	Oui Non
Possibilité d'application Industrielle (PAI)	Revendications 1-6 Revendications aucune	Oui Non

Il est fait référence aux documents suivants. Les numéros d'ordre qui leur sont attribués ci-après seront utilisés dans toute la suite de la procédure

D1 : FR3016767; 31/07/2015; DE SALINS JEAN-CHRISTOPHE

1. Nouveauté (N) :

Aucun des documents mentionnés ci-dessus ne décrit l'utilisation d'un mélange d'huile essentiel Myrtus Communis et de Mentha Pulegium pour le traitement et la préservation de bois, d'où l'objet de la revendication 1 est nouveau. Par la suite, toutes les revendications dépendantes le sont, conformément à l'article 26 de la loi 17-97 telle que modifiée et complétée par la loi 23-13.

2. Activité inventive (AI) :

Le document D1 qui est considéré comme l'état de la technique le plus proche de l'objet de la revendication 1 décrit procédé de fabrication de dispositifs de répulsion et/ou d'élimination de nuisibles tels que des insectes et des acariens à base d'un mélange d'huiles essentielles de cannelle, citron, thym, sarriette; arbre à thé, girofle, géranium ou lavande, par conséquent l'objet de la revendication 1 diffère de D1 par les huiles essentielles utilisées .

Le problème que la présente invention se propose de résoudre peut donc être considéré comme la fourniture d'un traitement lignocellulosique à base de Myrtus Communis et de Mentha Pulegium.

Aucun des documents cités ne permet de déduire de manière évidente une formulation impliquant les huiles essentielles revendiquées pour une utilisation comme imperméabilisant ou comme agent préservant du bois. Par conséquent, l'objet des revendications 1 à 6 est

conforme au critère d'activité inventive selon l'article 28 de la loi 17-97 telle que modifiée et complétée par la loi 23-13.

3. Possibilité d'application industrielle (PAI) :

L'objet de la présente invention est susceptible d'application industrielle au sens de l'article 29 de la loi 17-97 telle que modifiée et complétée par la loi 23-13, parce qu'il présente une utilité déterminée, probante et crédible.