

Épreuve 1

Le liège – Un produit naturel extraordinaire

- Pays :
- Team :

INTRODUCTION

Le liège est un tissu végétal formé de cellules remplies d'un mélange gazeux semblable à l'air et liées par des polymères naturels, dont les composants principaux sont la subérine (45%), la lignine (27%) et les polysaccharides (12%). Ce produit extraordinaire de la nature n'est rien de plus, rien de moins que l'écorce du chêne-liège, le seul arbre à l'écorce auto-renouvelable.

Le Portugal représente près de 50% de la superficie mondiale de chêne-liège et est le plus grand producteur de liège au monde, contribuant avec 55% de la production mondiale annuelle.

L'enlèvement du liège n'est effectué que par des professionnels spécialisés qui parviennent à extraire l'écorce sans endommager l'arbre afin que le chêne puisse être dépouillé tous les neuf ans. Cependant, un chêne-liège doit avoir 25 ans avant de pouvoir être décapé pour la première fois. Ce premier liège peut être utilisé comme matière première pour les produits d'isolation thermique et acoustique. Le liège est largement exploité en raison de ses propriétés uniques et son application industrielle va bien au-delà des bouchons en liège et des revêtements de sol en liège.

Par exemple, la fusée Vega de l'Agence spatiale européenne (ESA) a été lancée dans l'espace en 2012 et, afin d'éviter toute surchauffe de la fusée, du liège a été placé dans le cône de nez et dans d'autres zones sensibles à la température. Dans le contexte du développement durable, le liège peut jouer un rôle important car il s'agit d'une ressource naturelle, renouvelable, recyclable et non toxique qui présente des qualités environnementales exceptionnellement bonnes et un potentiel élevé de caractéristiques technologiques innovantes.

Lors d'un voyage dans la province de l'Alentejo, deux amis, Vasco et Isabel, ont été très surpris en voyant de grands arbres magnifiques dont l'écorce venait d'être enlevée.

Ils ont approché les travailleurs et leur ont demandé si ce processus pouvait nuire aux arbres. Les travailleurs leur ont souri et ont expliqué que cette écorce qu'ils extrayaient était simplement du liège, le matériau utilisé comme bouchons de bouteilles.

Isabel s'est ensuite souvenue de photos de ses parents lors de leur visite au pavillon du Portugal à l'Expo 2000 à Hanovre (Figure A), dont les murs étaient en liège ! Ils étaient vraiment curieux et ont décidé d'approfondir leurs connaissances sur ce fantastique chêne, le liège qu'il produit et ses applications possibles.



Figure A – Pavillon du Portugal à l'Expo 2000 de Hanovre.

Álvaro Siza Vieira et Eduardo Souto Moura, vainqueurs du prix Pritzker, architectes portugais, ont utilisé des panneaux de liège expansé purs et des panneaux de liège haute densité comme revêtement extérieur sur certaines façades du bâtiment.

Dans cette épreuve, vous en apprendrez un peu plus sur le liège et, espérons-le, vous comprendrez pourquoi il est considéré comme un produit naturel extraordinaire.

Dans cet objectif, vous montrerez à Vasco et à Isabel comment identifier le meilleur arbre producteur de liège permettant de fabriquer des bouchons de bouteille de vin de qualité supérieure. Vous leur montrerez également comment évaluer la qualité d'un bouchon de liège et montrerez que le liège peut réellement être un isolant thermique efficace.

Cette mission comprend 4 épreuves individuelles qui consistent à :

Épreuve 1 - 1 – Clé d'identification des caractéristiques du liège et du chêne-liège	60 points
Épreuve 1 - 2 – Sélection de la meilleure planche de liège pour faire des bouchons de qualité supérieure	60 points
Épreuve 1 - 3 – Détermination du contenu total en phénol et évaluation de la qualité du liège.	120 points
Épreuve 1 - 4 – Le liège en tant qu'isolant thermique	120 points

TASK 1 - 1.: CLÉ D'IDENTIFICATION DES CARACTÉRISTIQUES DU LIÈGE ET DU CHÊNE-LIÈGE

Introduction

Il existe environ 200 espèces répertoriées dans le genre *Quercus*, mais une seule espèce est capable de produire en permanence une structure présentant des caractéristiques technologiques qui la rendent très précieuse. Cette structure s'appelle communément le liège et c'est une structure protectrice appelée phellogène par les anatomistes des plantes.

Le liège est évalué en fonction de sa qualité. Deux principaux facteurs physico-chimiques sont évalués : l'épaisseur et la porosité de la planche. L'épaisseur des planches est en relation avec la croissance annuelle du liège, c'est-à-dire le nombre de cellules produites par an. Actuellement, le cycle de production du liège dure 9 ans, les cernes annuels étant visibles dans les planches (Figure 1 - 1.1). Les planches de liège sont classées en fonction de leur épaisseur et normalisées en classes de calibre. Cependant, il n'y a pas de relation directe entre l'épaisseur et la qualité. Les planches très minces ne conviennent pas à l'industrie, tandis que les planches épaisses présentent une trop grande perméabilité aux gaz (caractère négatif pour la qualité du liège). Si le liège utilisé dans la production de bouchon est trop perméable, il permet à l'air de diffuser et peut endommager le vin. Si la planche est trop fine, trop de liège non utilisé est gaspillé sur la ligne de production. Lorsque l'épaisseur de la planche est appropriée, la porosité de la planche est évaluée en fonction des canaux lenticulaires qui traversent la planche de liège de manière radiale.



Figure 1 - 1.1 – Représentation schématique d'un plan intersectoriel d'une planche de chêne-liège. Le phellogène produit des couches de liège qui se développent de manière radiale avec un rythme physiologique annuel; neuf anneaux de croissance annuels sont représentés ici (1, le plus récent ; 9, le plus ancien). L'écorce de liège (10) est exposée à l'atmosphère. Le phellogène (11) est en contact avec le plus récent anneau de croissance (1).

Ainsi, la qualité du liège est le résultat de la constitution génétique et des conditions de croissance individuelles, à la fois abiotiques (par exemple, la disponibilité en eau) et biotiques (par exemple, les agents pathogènes qui comprennent la croissance des arbres ou qui compromettent l'homogénéité du liège).

Dans cette tâche, il vous est demandé d'identifier l'arbre de production de liège (tâche 1 - 1) et les caractéristiques principales de la qualité du liège (tâche 1 - 2).

Matériel et méthode

- Cinq boites de pétri avec du matériel végétal (A E), une par spécimen (chacune représente une espèce) contenant :
 - Des feuilles, des fruits
 - Des petites boites de pétri contenant des coupes fines de jeunes branches (pour coloration au rouge Soudan)
- De fines coupes de liège pour un contrôle positif de coloration au rouge Soudan (marquées "+")
- Photographie de branches, fruits, feuilles et arbres pour chaque espèce (A E)
- Annexe 1 : Caractéristiques morphologiques du matériel biologique
- Lames de verre pour microscope, 1 boîte
- Lamelles couvre-objet, 1 boîte
- Pinces, 1 pièce
- Micropipette 20 µL, 1 pièce
- Pointes pour Micropipette 20 µL, 1 boîte
- Eau désionisée dans un tube à essai de 10 mL, 1 pièce (marqué "H₂O")
- Réactif rouge Soudan dans un tube à essai de 10 mL 1 pièce (marqué "Sudan Red")
- Ethanol 70% dans un tube à essai 10 mL, 1 pièce (marqué "EtOH")
- Pipettes Pasteur, 3 pièces
- Plaque à 24 puits, 1 pièce
- Bécher plastique 500 mL pour les déchets, 2 pièces
- Minuterie à utiliser également pour tâche 1.3, 1 pièce
- Microscope optique, 1 pièce
- Stéréomicroscope partagé (un pour deux groupes)

Si vous renversez un produit chimique, brisez un morceau de verre ou détruisez le matériel biologique et vous avez besoin d'un remplacement, demandez l'aide de l'assistant de laboratoire.

Tout matériel supplémentaire de la liste mentionnée ci-dessus vous coûtera 5 points, sauf indication contraire. Des échantillons biologiques supplémentaires vous coûteront 10 points.

1 - 1.1. Identification du chêne-liège

Dans votre poste de travail, vous trouverez 5 boîtes de Pétri contenant des échantillons biologiques nommées A, B, C, D et E - provenant de cinq arbres différents, dont l'un est l'arbre producteur de liège. Soyez très prudent lorsque vous manipulez les coupes minces.

Dans cette tâche, il vous est demandé d'identifier les 5 espèces auxquelles chaque spécimen appartient, après un ensemble d'activités expérimentales.

Remplissez le tableau suivant qui vous mènera à la caractérisation et à l'identification des 5 arbres (A, B, C, D et E). Pour cela, vous devrez utiliser les échantillons biologiques de la plaque, les photos et l'annexe 1 fournie.

Lorsque vous remplissez le tableau, indiquez par une croix (X) les caractéristiques qui correspondent le mieux à vos observations et / ou résultats expérimentaux. Il se peut qu'il existe plus d'une option correcte pour chaque échantillon. Assurez-vous d'indiquer clairement tout ce qui s'applique. Si vous sélectionnez des options incorrectes, cela vous coûtera 20% des points par option. Si vous ne sélectionnez pas toutes les options qui s'appliquent, cela vous coûtera 10% des points par option.

1 - 1.1.1. Instructions pour la méthode expérimentale

Lisez attentivement le tableau avant de commencer vos observations. Pour éviter de multiples et observations du même matériel (entrée et sortie de la plaque), observez toutes les caractéristiques qui sont demandées au microscope optique ou au stéréo microscope pour remplir le tableau.

Observation du matériel biologique fourni ET du document photographique;

- Observation de trichomes de feuilles (« poils ») au microscope optique (grossissement 100X) : placez la feuille sur une lame, allumez le microscope et observez avec un grossissement faible. Observez les deux côtés de la feuille (dessus et dessous). Observez toutes les feuilles disponibles et, sur chaque feuille, observez plusieurs zones.
- 2. Test des gouttes d'eau: sélectionnez une feuille et utilisez une micropipette pour prélever une goutte de 10 µL d'eau. Appliquez doucement, sans appuyer, la goutte sur la face supérieure de la feuille. Appliquer au moins 10 gouttes par surface de la feuille, dans différentes parties de la même feuille. Assurez-vous d'appliquer une goutte sur la veine moyenne et une autre sur une surface qui n'est pas en contact avec la veine moyenne. Observez la goutte d'eau sous le stéréomicroscope pour déterminer sa forme. Séchez ensuite la face supérieure de la feuille.
- 3. Répétez l'opération 2 avec la face inférieure de la feuille.
- 4. Lors de l'analyse de la surface inférieure et après le test des gouttelettes, penchez la feuille à 90° et vérifiez si la goutte glisse ou change de forme. Répondez à la question en fonction du comportement d'au moins 6 des 10 gouttes.

5. Séchez les gouttelettes avec du papier et remettez le matériel biologique dans les boîtes de Pétri respectives.

6. Test au rouge Soudan: Utilisez la plaque de 24 puits pour colorer les tranches de jeunes tiges. Utilisez trois puits par espèce. Pipeter 0,5 ml de colorant rouge Soudan, 0,5 ml d'éthanol à 70% ou 0,5 ml d'eau par puits (comme suggéré dans la figure ci-dessous). Vous pouvez trouver tous ces réactifs dans des tubes de 10 ml et avec la bonne étiquette. Utilisez les pincettes fournies pour choisir les coupes et les transférer dans les solutions successives.

Insérez les tranches dans la solution d'éthanol à 70% pendant 1-2 minutes, puis insérez-les dans la solution de rouge soudan et laissez incuber pendant 10 minutes; enlever les tranches et les laver dans la solution précédente à 70% d'éthanol (1-2 min); passer les tranches dans de l'eau distillée (1-2 min) et les monter avec une goutte d'eau entre une lame et une lamelle.

Observez la préparation au microscope. Regardez plusieurs pièces différentes. En plus des 5 échantillons d'arbres, vous devez également colorer le contrôle positif.

Disposition proposée:



Puits A1 à A6 – utilisés pour la solution d'éthanol à 70%;
Puits B1 à B6 – utilisés pour la solution de rouge Soudan
Puits C1 à C6 – utilisés pour l'eau;
Puits D1 à D6 restent vides.

Utilisez les puits A1 à C1 pour le spécimen A, A2 à C2 pour le spécimen B, et ainsi de suite. Utilisez les puits A6 à C6 pour le contrôle positif.

Lisez le tableau et optimisez l'utilisation du microscope et du stéréomicroscope. L'échange de matériel biologique entre des boîtes de Pétri vous coûtera 20 marks.

Inscrivez le numéro de la grande boite de Pétri sur la feuille de réponses.

Question 1.1.a

En suivant les instructions fournies, remplissez le tableau 1.1.a de la feuille de réponses.

Entrez vos résultats sous Question 1.1a. sur la feuille de réponses.

Question 1.1.b

Une fois vos observations terminées, utilisez la clé dichotomique de la feuille de réponses pour identifier les espèces présentes dans chaque boîte de Pétri. Sur la feuille de réponses, dans le tableau 1.1.b, établissez une correspondance entre la lettre de la boîte de Pétri et le nom de l'arbre.

Entrez vos résultats à la question 1.1.b de la feuille de réponses.

Question 1.1.c

Chez les arbres, sur quelle surface de la feuille espérez-vous trouver des stomates?

Entrez votre réponse à la question 1.1.c de la feuille de réponses.

Question 1.1.d

Chez les arbres, quel est l'avantage des feuilles très pubescentes ?

Inscrivez votre réponse à la question 1.1.d de la feuille de réponses.

Question 1.1.e

Si on vous demande de déterminer si ces arbres sont monocotylédones ou dicotylédones, quel organe de la plante utiliseriez-vous?

Inscrivez votre réponse à la question 1.1.e de la feuille de réponses.

Question 1.1.f

On vous a demandé de réaliser la coloration au rouge Soudan sur les jeunes tiges de plusieurs spécimens. Vous remarquerez probablement une couche sombre dans la partie la plus externe des coupes. Pouvez-vous fournir la fonction la plus probable de cette couche?

Inscrivez votre réponse à la question 1.1.f de la feuille de réponses.

EPREUVE 1 - 2.: SÉLECTION DE LA PLANCHE DE LIEGE PARFAITE POUR FABRIQUER DES BOUCHONS À VIN DE QUALITÉ SUPÉRIEURE

Introduction

Maintenant que vous avez réussi à identifier le chêne liège (Quercus suber) parmi les échantillons, nous avons besoin de votre aide pour déterminer quel échantillon de planches de liège doit être utilisé pour les bouchons de bouteilles de vin.

Des planches de liège provenant de trois arbres différents, représentant trois types de liège différents, ont été recueillies pour votre analyse (Figure 1 - 2.1). Veuillez prendre quelques instants pour analyser la texture, la porosité et les imperfections présentes dans vos échantillons de liège. Les planches de liège riche en imperfections, ou d'épaisseur trop faible, ne conviennent pas à la fabrication de bouchons de bouteilles de vin.



Figure 1 - 2.1 - Images obtenues à partir de la zone latérale de chaque planche

Il est possible d'observer les effets environnementaux sur chaque arbre. Les cellules de liège ne se divisent pas en hiver, elles ne se divisent qu'au printemps et en été. Le taux de croissance dépend des conditions physiologiques de l'arbre et de la quantité d'eau disponible. Au printemps, on observe plus de divisions cellulaires, ce qui donne des cellules plus grandes avec des parois cellulaires plus minces. En été, il y a moins de divisions cellulaires, ce qui donne des cellules avec des parois cellulaires assemblées différemment (plus rigides et plus sombres).

Les conditions environnementales sont reflétées dans chaque cerne (anneau de croissance) des arbres et l'analyse de la largeur des cernes peut fournir des informations supplémentaires sur les conditions de croissance, à savoir les effets du climat, les attaques d'insectes, les incendies et l'ensoleillement (la quantité de lumière).

Dans cette expérience, vous devez déterminer, pour chacune des 3 planches en liège présentées sur la Figure 1 - 2.1, le pourcentage moyen de la surface du matériau en liège présentant les imperfections (un échantillon de chaque planche en liège est disponible au laboratoire si vous souhaitez observer brièvement ces imperfections). L'échantillon présentant une épaisseur appropriée et un pourcentage d'imperfections minimal devrait être le meilleur choix pour la production de bouchons de bouteilles.

Materiel et équipement

- Un ordinateur
- Ensemble de liège pour l'observation pratique du liège partagés. Un ensemble de liège avec 3 échantillons est disponible dans la salle.

1 - 2.1. Contrôle de la qualité des planches de liège: quantification des imperfections

Suivez le protocole décrit ci-dessous:

1. Ouvrez les programmes ImageJ et OpenOffice sur le bureau de l'ordinateur. Sur OpenOffice, choisissez l'option « Spreadsheet ».

2. Dans ImageJ, ouvrez les fichiers nommés de A à C situés sur le bureau (commande File > Open) (Dossier Images_EUSO).

Ces fichiers d'images ont été pris avec un scanner numérique et enregistrés au format couleurs RVB.

3. Extrayez les informations de chaque canal en appliquant la commande Image>Color>Split Channels.

Cette commande extraira les informations des canaux rouge, vert et bleu en trois images différentes.

4. Pour chaque image, appliquez la commande Image > Lookup Tables > Grays (pour changer la couleur de chaque image en Gris).

Appliquez ensuite la commande Image > Adjust > Brightness/Contrast (pour régler l'intensité des pixels de chaque image) et choisissez l'option Auto.

Enfin, choisissez l'option File > Save As > Tiff (pour enregistrer chaque image au format TIFF). Modifiez le nom de chaque image en une désignation choisie qui identifie clairement la couleur.

5. Pour chaque planche (échantillons A à C), vous obtenez trois images. Pour chaque échantillon, décidez quelle image utiliser dans les étapes suivantes.

Question 2.1.a

Quel(s) canal(s) vous permet la meilleure observation des cernes ?

Sur la feuille de réponses, à la Question 2.1.a, entourez la ou les bonne(s) réponse(s).

6. Après avoir choisi l'image que vous souhaitez analyser, enregistrez-la sous un nom différent, tel que « Image_1 – tif ». Ouvrez ensuite l'image avec la commande File>Open et choisissez le bouton de la barre d'outils correspondant à la sélection Rectangle (premier bouton à gauche). Sélectionnez la zone du liège que vous souhaitez analyser. N'incluez pas le fond noir.

7. Copiez les informations en choisissant la commande Edit> Copy to System.

8. Choisissez l'option File>New>System Clipboard. Cette étape va coller les informations que vous avez copiées dans un nouveau fichier RVB.

9. Choisissez l'option Image>Type>8-bit pour convertir le fichier du format de couleur RVB au format 8 bits.

10. Choisissez l'option File>Save As>Tiff (pour enregistrer la région sélectionnée au format TIFF). Enregistrez sous **Image_A_crop_1.tif**.

11. Choisissez l'option Image>Adjust Threshold et définissez les intensités des pixels dans la fenêtre "Threshold" afin d'inclure les zones sombres que vous souhaitez quantifier. Si vous êtes satisfait des régions sélectionnées, choisissez "Threshold". Les régions sélectionnées seront colorées en blanc avec une intensité de pixel de 255. Les autres régions seront colorées en noir et une intensité de pixel de 0.

12. Choisissez l'option Analyze>Set Measurements et définissez ce que vous voulez mesurer et le nombre de décimales.

13. Choisissez l'option Analyze>Measure et enregistrez les valeurs obtenues dans la fenêtre "Results". C'est la zone de l'image entière que vous avez en pixels² (pixel x pixel).

14. Fermez la fenêtre "Results".

15. Pour enregistrer une image avec la zone contenant des pixels blancs, utilisez l'option File>Save As>Tiff. Enregistrer sous Image_A_crop_1 _threshold.tif

16. Choisissez l'option Analyze>Analyze Particles et déterminez les paramètres dont vous aurez besoin. Nous vous proposons de choisir l'option "Outlines" in "Show:" (pour observer les régions sélectionnées) et de cliquer sur les options "Display Results" et "Add to Manager" (pour enregistrer les résultats dans un fichier que vous pouvez ensuite ouvrir à l'aide de la feuille de calcul OpenOffice disponible sur le bureau de l'ordinateur). Puis cliquez sur "OK".

17. Vous pourrez sélectionner chaque région d'intérêt (ROI) assemblée dans la fenêtre « ROI Manager » et voir où elle se trouve dans la fenêtre avec votre image. Sélectionnez tout le ROI et enregistrez le fichier dans le même dossier que vous avez enregistré tous vos fichiers ImageJ. Les valeurs de la zone pour chaque ROI sont affichées dans la fenêtre "Results" en pixels².

N'oubliez pas d'organiser et de sauvegarder vos fichiers afin qu'il soit possible de confirmer que vous avez exécuté correctement le protocole proposé. Ces informations seront prises en compte dans la classification des questions 2.1.b à 2.1.e.

Question 2.1.b

Combien de fichiers avez-vous produits avec le protocole que vous avez suivi pour déterminer le pourcentage de surface présentant des imperfections dans les échantillons de liège A à C? Veuillez inclure les fichiers que vous avez produits avec le logiciel basé sur la feuille de calcul OpenOffice disponible sur votre ordinateur.

Entrez vos résultats à la question 2.1.b sur la feuille de réponses.

Question 2.1.c

Quelle zone des échantillons de liège A à C avez-vous prise en compte dans la détermination du pourcentage de zone présentant des imperfections ? Dessinez avec un marqueur indélébile la zone sur la feuille de réponses.

Sur la feuille de réponses, entrez vos résultats à la Question 2.1.c

Question 2.1.d

Déterminez le pourcentage de surface présentant des imperfections dans les différents échantillons de liège A à C. Lequel des échantillons présente le plus faible pourcentage de surface présentant des imperfection ? Vous devrez utiliser la feuille de calcul OpenOffice disponible sur votre ordinateur.

Sur la feuille de réponses entrez vos résultats dans question 2.1.d.

Question 2.1.e

En prenant en compte la zone présentant des imperfections, tracez un histogramme avec le pourcentage des régions sombres présentes dans les 3 planches de liège. Vous devez utiliser les valeurs mesurées à la question précédente.

Sur la feuille de réponses entrez vos résultats dans question 2.1.e.

Question 2.1.f

Combien de cernes de croissance pouvez-vous facilement observer dans la planche A?

Sur la feuille de réponses entourez la bonne réponse dans question 2.1.f.

Reportez-vous à la figure 1 - 2.2 pour les questions suivantes, où vous pourrez observer 10 couches différentes correspondant à 10 années de croissance consécutives.



Figure 1 - 2.2 – Image de la zone latérale de l'une des planches que vous avez analysées. Les nombres représentent les croissances annuelles des cernes.

Question 2.1.g

Pourquoi pensez-vous qu'il y a des zones plus sombres et plus claires dans les cernes ? Choisissez la meilleure hypothèse.

***** Sur la feuille de réponses entourez la bonne réponse dans question 2.1.g.

Question 2.1.h

En quelle année pensez-vous qu'il a le plus plu?

Sur la feuille de réponses entourez la bonne réponse dans question 2.1.h.

Question 2.1.i

Indiquez quelles régions correspondent, selon vous, à la croissance du printemps et de l'été.

Sur la feuille de réponses entourer la bonne réponse dans question 2.1.i.

Question 2.1.j

Quelle cerne (anneau de croissance) a été exposée à l'atmosphère?

Sur la feuille de réponses entourer la bonne réponse dans question 2.1.i.

TACHE 1 – 3: DÉTERMINATION DE LA TENEUR EN PHÉNOL ET ÉVALUATION DE LA QUALITÉ DU LIÈGE

Introduction

En raison de ses caractéristiques physiques et chimiques uniques, le liège a une excellente étanchéité pour les vins de table, les vins mousseux et les liqueurs. Comme indiqué dans la tâche précédente (1 à 2), tous les types de liège ne peuvent pas être utilisés dans la fabrication de bouchons de bouteilles de vin.

Les échantillons de liège trop perméables ou de largeur inappropriée ne conviennent pas à la fabrication de bouchons de bouteilles de vin. En effet, les arômes du liège peuvent avoir un effet sur l'odorat et le goût du vin.

Les arômes du liège sont parfois associés à l'apparition d'un mauvais goût dans le vin. Cela peut résulter de la présence de produits chimiques exogènes d'origine microbiologique. Bien que le pourcentage d'apparition de défauts d'arômes associés à l'utilisation de bouchons en liège soit très faible, les producteurs de bouchons en liège ont déployé des efforts pour contrôler la qualité. Parmi celles-ci, pour l'analyse du goût particulier apporté par les bouchons en liège, il est important d'évaluer la présence de 2,4,6-trichloroanisole (TCA), qui provoque l'odeur / le goût de moisissure dans le vin.

La formation de TCA se produit lorsque des microorganismes, tels que des champignons, entrent en contact avec des composés à base de chlore, généralement des chlorophénols, comme illustré à la Figure 1 - 3.1.



Figure 1 - 3.1 – Voie de production du 2,4,6-trichloroanisole (TCA).
1) Lignine ; 2) Phénol ; 3) 2,4,6-Trichlorophénol (TCP) ; 4) 2,4,6-Trichloroanisole (TCA) ;
A - Champignons ; B - Biométhylation des champignons filamenteux

Puisque le phénol est lui-même un produit de dégradation de la structure polymère du liège, la détermination de la teneur en phénol présent dans le liège est un paramètre important pour déterminer, non seulement sa qualité, mais essentiellement ses différentes applications.

Dans cette tâche, vous déterminerez la teneur en phénol dans les échantillons de liège et ainsi vous classerez le liège en fonction de sa qualité.

Le dosage du phénol est basé sur le réactif de Folin-Ciocalteu (Folin). Le réactif de Folin contient des complexes d'acide phosphomolybmique/phosphotungstique. La méthode repose sur le transfert d'électrons en solution alcaline à partir de composés phénoliques pour former un chromophore bleu constitué par un complexe phosphomolybdène/phosphotungstène. Sa coloration dépend de la concentration en composés phénoliques. Le réactif de Folin réduit est détectable avec un spectrophotomètre (colorimètre) dans la plage de 600 à 710 nm.

Pour connaître la concentration en phénol, on utilise la loi de Beer- Lambert. Elle met en relation la concentration d'un composé avec son pouvoir absorbant.

$A = \varepsilon bC$

Avec A: l'absorbance de la solution ; C: la concentration du composé ; b: la largeur de la cellule ou de la cuvette. (b est maintenue constante.) ε est une constante appelée coefficient d'absorption et est caractéristique du composé et du solvant. Ainsi, il est possible de déterminer la concentration (**mg.L**⁻¹ ou mol.L⁻¹) d'un composé donné dans une solution connaissant l'absorbance de cette solution si la longueur b des cellules (**cm**) et le coefficient d'absorption ε massique ou molaire (**L.mg**⁻¹.**cm**⁻¹ ou L.mol⁻¹.**cm**⁻¹) sont connus.

Matériel et solutions :

- Fiole jaugée, 50,0 mL, 10 pièces
- Béchers gradués, 25 mL, 15 pièces
- Pipette jaugée de 3,00 mL, 2 pièces
- Pipette jaugée de 5,00 mL, 1 pièce
- Pipette jaugée de 10,00 mL, 1 pièce
- Pipette jaugée de 20,00 mL, 1 pièce
- Pipette jaugée de 25,00 mL, 1 pièce
- Poire aspirante pour pipette, 1 pièce (chariot commun)
- Micropipette de 1000 µL, 1 pièce
- Embout pour micropipette de 1000 µL, 1 boîte
- Pipettes Pasteur jetables en plastique, 3 pièces
- Cuvettes en plastique de 1 cm de long / 2 mL de large, 5 pièces
- Bécher en plastique de 500 mL pour déchets, 2 pièces
- Marqueur indélébile, 1 pièce
- Eau distillée dans une bouteille en plastique de 500 mL, 2 pièces (étiquetées "H₂O") (peut être remplie au besoin sans pénalité)
- Solution mère d'acide gallique (0,00050 mol.L⁻¹), 100 mL (étiquetée "Gallic Acid")
- Solution mère de Folin-Ciocalteu, 20 mL (étiquetée "Folin")
- Solution mère de carbonate de sodium (7,5 % en masse), 20 mL (étiquetée "Na₂CO₃")
- Trois échantillons d'extraits de liège (étiquetés "Lot A" ; "Lot B" ; "Lot C"), 2 mL chacun
- Colorimètre, 1 pièce
- Calculatrice TI-Nspire CX, 1 pièce
- Calculatrice scientifique TI-30X, 1 pièce (chariot commun)
- Minuterie à utiliser également dans la Tâche 1 1, 1 pièce (chariot commun)

Si vous renversez un produit chimique ou brisez une pièce de verrerie et que vous avez besoin d'un remplacement, veuillez demander l'aide de l'assistant de laboratoire.

Tout matériel en plus de celui mentionné ci-dessus vous coûtera 5 points, sauf indication contraire. Les échantillons supplémentaires vous coûteront 10 points.

1 - 3.1. Pente (m) de la courbe d'étalonnage

La première tâche consiste à déterminer le terme $\varepsilon \times b$ à partir de la loi de Beer-Lambert, c'est-à-dire la pente (coefficient directeur) m de la courbe d'étalonnage, en utilisant un ensemble de solutions de concentrations connues (solutions étalons) qui seront préparées à partir d'une solution mère d'acide gallique (5,0×10⁻⁴ mol.L⁻¹). L'acide gallique est traditionnellement utilisé pour déterminer la teneur totale en phénol (TPC) dans divers matériaux.



Figure 1 - 3.2 – Structure chimique de l'acide gallique (GA)

Préparez avec la fiole jaugée, 50,0 mL de chaque solution étalon en utilisant les volumes indiqués au tableau 3.1 avec la poire (voir l'annexe 2) et la pipette appropriée.

Tableau 3.1

Solutions étalons préparées à partir de la solution mère

Solutions étalons	Solution mère 0.00050 mol.L ⁻¹
S1	3.00
S2	5.00
S3	10.00
S4	20.00
S5	25.00

Question 3.1.1.

Calculer la concentration des solutions étalons que vous avez préparées (en mg. L^{-1}). Indiquer la valeur obtenue avec 2 décimales = 2 chiffres après la virgule.

Inscrivez vos calculs et vos résultats sur la feuille de réponses, sous la question 3.1.1 du tableau.

1 - 3.1.1. Échantillons pour la courbe d'étalonnage

- Placez, avec soin, à l'aide d'une micropipette, 500 μL de chaque solution étalon (S1 à S5) dans les béchers de 25 mL. Ajoutez 500 μL du réactif de Folin. Agitez et attendez 3 minutes. Puis, ajoutez dans chaque bécher, 500 μL de la solution de Na₂CO₃ (2 Na⁺_(aq) + CO₃²⁻_(aq)).
- Préparez la solution témoin (blanc) en suivant les instructions du point 1, mais en utilisant 500 μL de H₂O à la place de la solution étalon.
- 3. Agitez toutes les solutions préparées et laissez-les reposer pendant 30 minutes.
- 4. Connectez le colorimètre à l'interface de la calculatrice, attendez environ 5 minutes et faites le blanc, c'est-à-dire, étalonnez le colorimètre avec la solution témoin à la longueur d'onde de 635 nm (voir les instructions pour le colorimètre à vernier de <u>l'annexe 3</u>).
- **5.** Après, mesurez l'absorbance de chaque solution à la longueur d'onde de 635 nm en utilisant le colorimètre. Indiquez la valeur obtenue avec 2 décimales.

Question 3.1.2.

 Inscrivez la valeur de chaque absorbance dans le tableau de la feuille de réponses sous la Question 3.1.2.

Question 3.1.3.

Reportez les points correspondants à l'absorbance (A) en fonction de la concentration d'acide gallique $(C_{\text{galic acid}})$.

Reportez vos points expérimentaux, très précisément et sans tracer la courbe, sur le papier millimétré de la feuille de réponses sous la Question 3.1.3.

Question 3.1.4.

À partir de A (= y_i) et de C_{galic acid} (= x_i), on peut déterminer le coefficient directeur (= la pente) de la droite linéaire qui correspond au mieux aux points expérimentaux.

La droite qui correspond au mieux aux points expérimentaux peut être déterminée par la méthode d'ajustement des moindres carrés. Cette méthode est basée sur la minimisation d'une fonction qui calcule la somme des carrés des différences entre les valeurs attendues de A et ses valeurs expérimentales correspondantes.

Pour cela, commencez par calculer les sommes selon l'exemple du tableau suivant.

Exemple de calcul pour la détermination de la pente à l'aide de la méthode d'ajustement des moindres carrés.

$(\mathbf{X}_{i})^{2}$	<i>X</i> _i × <i>Y</i> _i	
X_1^2	$X_1 \times Y_1$	
X_5^2	<i>X</i> ₅ x <i>Y</i> ₅	
S x^2 = Somme de $(x_i)^2$	Sxy = Somme de $(x_i \times y_i)$	

Calculez *m* selon l'équation :

$$m = \frac{S_{xy}}{S_{x^2}}$$

- **Remplissez le tableau de la question 3.1.4 de la feuille de réponses.**
- Inscrivez vos calculs et les résultats de m avec son unité à la question 3.1.4 de la feuille de réponses.
- **Φ** Déduisez-en la valeur du coefficient d'absorption ε de l'acide gallique avec son unité.

Sur les points expérimentaux reportés dans la question 3.1.3., tracez la droite linéaire qui correspond au mieux aux points expérimentaux à partir de la valeur calculée de m.

Utilisez les points expérimentaux sur le papier millimétré de la question 3.1.3 dans la feuille de réponses et la valeur calculée de m, pour tracer au plus juste la droite de type linéaire de A en fonction de Cgalic acid.

1 - 3.2. Limite de détection – LOD

La limite de détection (LOD) est un paramètre très important qui détermine le degré de certitude avec lequel une concentration donnée peut être mesurée. Lorsque l'on souhaite étudier la concentration d'un échantillon qui est inférieure à la limite de détection de la technique utilisée, il est souvent nécessaire d'ajouter une étape pour concentrer l'échantillon.

Pour toute technique, la LOD peut être calculée comme valant 3 fois l'écart-type (σ) de la mesure divisé par la pente de la droite de calibration, selon la définition de l'IUPAC (l'Union Internationale de Chimie Pure et Appliquée), soit :

$$LOD = \frac{3\sigma}{pente}$$

Tout signal mesuré dans le monde réel possède une incertitude. Elle se traduit par une fluctuation autour d'une valeur moyenne et affecte la précision de la mesure. Par exemple, si une solution d'une concentration donnée est préparée plusieurs fois en pesant exactement la même quantité de composé chimique et en la dissolvant dans la même quantité de solvant, les concentrations finales obtenues seront différentes.

L'écart type est lié à la différence entre les valeurs mesurées et la valeur moyenne des mesures. Il est affecté par l'incertitude impliquée dans la préparation de l'échantillon et dans sa mesure.

Déterminez l'incertitude dans les mesures d'absorbance à 635 nm en préparant 5 solutions identiques à la **solution étalon 1.** Pour chacune :

- À l'aide de la micropipette, prélevez 500 μL des solutions étalons préparées (S1.1 à S1.5) et placez-les dans un bécher de 25 mL. Ajoutez 500 μL de réactif de Folin et agitez. Attendez 3 minutes puis ajouter 500 μL de Na₂CO₃.
- 2. Préparez un blanc en suivant les instructions du point 1. mais en remplaçant la solution étalon par 500 μ L d'eau.
- 3. Agitez et laissez réagir pendant 30 minutes.
- 4. Calibrez le colorimètre avec le blanc (voir les instructions du colorimètre à l'annexe 3).
- **5.** Après cette période, déterminez l'absorbance des 5 solutions à 635 nm en utilisant le colorimètre. Inscrivez les résultats obtenus avec 2 décimales.
 - ***** Écrire les valeurs dans le tableau de la feuille de réponses, à la question 3.2.1

En statistiques, l'écart type (σ) est la mesure servant à quantifier la variation (ou la dispersion) d'une série de données. Un faible écart type indique que les données sont fort proches de la moyenne (aussi appelée valeur vraie), alors qu'un grand écart type indique que les valeurs sont beaucoup plus dispersées par rapport à la moyenne.

Pour un nombre fini de valeurs, l'écart type est calculé en prenant la racine carrée de la moyenne des écarts à la moyenne au carré des mesures.

Par exemple, si nous obtenons les valeurs 2; 4; 4; 5; 5; 7; 9 à partir de 8 mesures successives, la moyenne des mesures vaut 5.

Premièrement, il s'agit de calculer l'écart de chaque valeur par rapport à la moyenne et de le mettre au carré :

$$(2-5)^{2}=9$$
$$(4-5)^{2}=1$$
$$(4-5)^{2}=1$$
$$(4-5)^{2}=1$$
$$(5-5)^{2}=0$$
$$(5-5)^{2}=0$$
$$(7-5)^{2}=4$$
$$(9-5)^{2}=16$$

Ensuite, *il faut calculer la moyenne* (= *la variance*) *de ces valeurs. On obtient 4. L'écart type est la racine carrée de la variance. Dans cet exemple,* $\sigma = 2$.

Question 3.2.2.

À partir de l'écart type et de la pente, vous devez déterminer la LOD de la teneur totale en acide gallique.

***** Écrire les calculs et les résultats sur la feuille réponse, à la question 3.2.2

1 - 3.3. Analyse des extraits de liège et évaluation

Les planches de liège A, B et C utilisées dans les questions précédentes ont subi un procédé d'extraction. L'extrait obtenu a été concentré 10 fois et congelé à -20 °C pour assurer sa conservation. Trois échantillons d'extrait de liège (lot A, lot B, lot C) sont mis à disposition pour être analysés.

- Transférez délicatement 500 μL de l'échantillon « Lot A » dans un bécher de 20 mL et ajoutez 500 μL de réactif de Folin. Agitez, attendez 3 minutes puis ajoutez 500 μL de Na₂CO₃. Agitez de nouveau et laissez réagir pendant 30 minutes.
- 2. Répétez l'opération 1. pour les échantillons « Lot B » et « Lot C »
- **3.** Préparez un blanc en suivant les instructions du point **1**. mais en utilisant 500 μ L d'eau à la place de l'échantillon.
- **4.** Après avoir attendu **30 minutes**, mesurez l'absorbance à 635 nm et écrivez les valeurs obtenues dans le tableau à Question 3.3.1.
 - ***** Écrire les valeurs dans le tableau de la feuille de réponses, à question 3.3.1.

Question 3.3.2.

Calculez la teneur phénolique totale présente dans les échantillons de liège fournis et écrivez ces valeurs sur la feuille de réponses.

 Écrire les calculs et les valeurs obtenues dans le tableau de la feuille de réponses, à la question 3.3.2.

Question 3.3.3.

Est-ce que la limite de détection de la méthode est adéquate pour garantir la mesure directe des échantillons (sans étape de concentration) ?

& Répondre à la question 3.3.3 de la feuille de réponses.

Question 3.3.4.

En considérant les informations fournies et les données recueillies par votre équipe aux tâches 1-2 et 1-3, quelle planche choisiriez-vous comme étant appropriée pour la production de bouchons de qualité supérieure ?

***** Répondre à la question 3.3.4 de la feuille de réponses.

TACHE 1 - 4.: LE LIÈGE COMME ISOLANT THERMIQUE

Introduction

Dans cette épreuve, vous allez découvrir une autre propriété importante du liège qui justifie son application dans la construction de bâtiments.

La capacité d'un matériau à conduire la chaleur est nommée conductivité thermique. L'air qui remplit la structure cellulaire du liège en fait un excellent isolant thermique. Grâce à ses bonnes capacités d'isolation thermique, le liège trouve de nombreuses applications, y compris dans le bâtiment et l'industrie aérospatiale. En tant qu'excellent isolant thermique, le liège a une très faible conductivité thermique.

Conductivité thermique

L'énergie thermique (chaleur) est l'énergie transférée en raison de la différence de température (le transfert d'énergie s'effectue toujours de la zone la plus chaude à la zone la plus froide). Le transfert d'énergie peut se produire par différents mécanismes, que sont la conduction, la convection et le rayonnement. La conduction est un mécanisme de transfert d'énergie thermique (ou flux d'énergie thermique) qui a lieu à l'intérieur d'un corps ou entre des corps en contact et qui correspond à un transfert d'énergie cinétique lors des collisions se produisant à l'échelle microscopique. Lorsqu'une très petite **quantité d'énergie thermique dQ** est transférée dans un intervalle de temps très court dt, le flux d'énergie thermique, également appelé puissance thermique, se définit comme : $\mathbf{H} = \mathbf{dQ/dt}$. Le flux d'énergie thermique à travers un corps homogène (voir figure 1 - 4.1) est donné par la loi :

$$H = \frac{\mathrm{d}Q}{\mathrm{d}t} = kA\frac{T_1 - T_2}{l}$$

avec :

• 1 : l'épaisseur de matériau traversée

- A : la section transversale du matériau (perpendiculaire au flux)
- T₁ T₂ : la différence de température entre les deux extrémités du matériau (T₁ étant la température de la source chaude et T₂ celle de la source froide)
- *k* est une constante positive appelée conductivité thermique, qui dépend des matériaux constitutifs de ce corps.

Quant au rapport $\frac{(T_1-T_2)}{l}$, il s'agit la différence de température par unité de longueur.



Figure 1 - 4.1 – Conduction thermique à travers une barre de longueur l et de section A perpendiculaire au flux d'énergie thermique, placée entre deux corps qui sont respectivement à des températures T₁ et T₂. La différence de température entre les deux côtés de la barre provoque un flux d'énergie thermique allant du côté le plus chaud vers le côté le plus froid, comme représenté par la flèche ci-dessus. L'énergie thermique transférée à travers la barre, dans un intervalle de temps donné, dépend de la différence de température, de la longueur de la barre (l), de la section transversale (A) et de la conductivité thermique du matériau constituant la barre (k).

Le but de cette épreuve est de déterminer la conductivité thermique d'un échantillon mince de liège, en utilisant la méthode du disque de Lee, décrite sous la rubrique 1 - 4.1.

Avertissement :

Ne touchez pas le générateur de vapeur chaude. Ne dirigez jamais le jet de vapeur vers vous ou vos collègues. Utilisez la pince à chaque fois que vous devez déplacer la chambre à vapeur chaude. Utilisez la manique en tissu chaque fois que vous devez toucher des matériaux à des températures élevées (générateur de vapeur, disque de Lee et tubes en caoutchouc).

Matériel et équipement (Figure 1 - 4.2)

- Générateur de vapeur (A) avec bouton de commande (cs)
- Chambre à vapeur (B)
- Disque en laiton (disque de Lee) (C)
- Support en acrylique pour le disque de Lee et la chambre à vapeur (D)
- Échantillon de liège fin (E)
- Pinces (F)
- 2 sondes de température calibrées (thermistances) (G), à connecter à un calculatrice TI-Nspire CX, via une interface d'enregistrement de données Lab Cradle
- Calculatrice Texas Instruments TI-Nspire CX avec interface d'enregistrement de données Lab Cradle (H)
- Pâte thermique (pour améliorer le contact thermique avec les sondes de température) (étiquetée "**Heat Sink Compound Plus**") (I)
- Un bloc isolant en liège épais (J)
- Une grande plaque isolante en liège (K)
- Tubes en caoutchouc (L)
- Manique en tissu (M)



Figure 1 - 4.2 – Matériels et équipements expérimentaux.

La méthode du disque de Lee se compose de deux parties utilisant deux configurations expérimentales différentes.

1 - 4.1. Première partie de la méthode du disque de Lee

Figure 1 - 4.3 illustre la première de deux configurations expérimentales que vous utiliserez pour mesurer la conductivité thermique d'un échantillon en liège, en utilisant la méthode du disque de Lee. L'échantillon de liège (**CK**) est en forme de disque. Vous le placerez entre la chambre à vapeur cylindrique (**SC**) et un disque en laiton - le disque de Lee (**LD**) - qui sont montés sur un socle en acrylique.



Figure 1 - 4.3 – Montage expérimental pour la première partie de la méthode du disque de Lee pour déterminer la conductivité thermique d'un échantillon en liège. A gauche, on voit l'appareil lui-même, tandis qu'à droite, on peut voir, schématiquement, comment les données sont collectées. SC - Chambre à vapeur ; CK - Échantillon de liège ; LD - Disque de Lee ; BB - Base en laiton ; T_{SC} - Température de la base de la chambre à vapeur ; T_{LD} - Température de la base du disque de Lee ; I - Entrée vapeur ; O - Sortie vapeur ; d - Épaisseur de l'échantillon.

Lorsque le générateur de vapeur, connecté à la chambre à vapeur, est mis en marche, la chambre se réchauffe. La température, T_{SC} , à la base de la chambre à vapeur, juste au-dessus de l'échantillon de liège, peut être mesurée par une des thermistances (**T-SC**). Un flux d'énergie thermique, H_{in}, circule de la chambre à vapeur vers le disque de Lee à travers l'échantillon de liège, augmentant ainsi la température du disque de Lee. La deuxième thermistance (**T-LD**) mesure la température du disque de Lee, La deuxième thermistance (**T-LD**) mesure la température du disque de Lee, T_{LD} , qui est en contact avec la surface inférieure de l'échantillon de liège. Lorsque T_{LD} dépasse la température ambiante, un flux d'énergie thermique s'échappe également (par conduction, convection et rayonnement) du disque de Lee vers l'extérieur. Ainsi, un flux d'énergie thermique, H_{out}, sort du disque de Lee. Au fur et à mesure que T_{LD} augmente, le H_{in} diminue et le H_{out} augmente. Lorsque H_{in} = H_{out}, un équilibre est atteint, et, T_{SC} et T_{LD} se stabilisent pour prendre respectivement les valeurs des températures d'équilibres : T_H et T_L.

Protocole

 Considérons les données suivantes : la masse du disque de Lee, m = 629 g ; la hauteur du disque de Lee, h = 1,5 cm ; le diamètre du disque de Lee, D = 8,0 cm et l'épaisseur du bouchon, d = 2,1 mm. Inscrivez ces données sur la feuille de réponses.

- Inscrire les données (en unités du Système International : SI) dans le tableau fourni pour la question 4.1.1.1. sur la feuille de réponses.
- Introduisez l'une des sondes de température (T-SC) dans le trou de la base de la chambre à vapeur et l'autre (T-LD) dans le trou du disque de Lee. Pour assurer un bon contact thermique avec les sondes de température, vous devez enduire la pointe de chaque sonde de pâte thermique, avant d'insérer les thermistances dans les trous.
- Connectez les deux sondes de température à l'interface d'enregistrement des données de Lab Cradle - pour savoir comment procéder et comment utiliser le logiciel de calcul TI-Nspire CX, voir <u>Annexe 3</u>. Suivez l'évolution des températures T_{SC} et T_{LD} à l'aide du calculatrice TI-Nspire CX (monitoring mode).
- 4. Le réservoir du générateur de vapeur est déjà à moitié rempli d'eau et le générateur de vapeur est prêt à fonctionner. Ne retirez pas le tuyau ni la bague de serrage. Raccordez le tuyau flexible du générateur de vapeur à l'entrée de la chambre à vapeur (située près de son sommet). Raccordez la sortie de vapeur (située près de la base de la chambre à vapeur) à l'évier le plus proche sur la paillasse. Raccordez la plaque chauffante du générateur de vapeur à l'alimentation électrique et réglez le niveau de chauffage entre 3,5 et 4 à l'aide du curseur de réglage. En cas de problème avec la production de vapeur, veuillez appeler un assistant de laboratoire. Vous ne serez pas pénalisés pour cela.
- 5. Mettez la chambre à vapeur en contact avec le disque de Lee. Allumez le générateur de vapeur et préchauffez le disque à la température T de 60 °C. Cette procédure est très rapide. Ne pas dépasser T = 65 °C. Utilisez la lame métallique située au-dessus de la chambre à vapeur pour maintenir fermée la chambre, enlevez-la du support en acrylique et placez-la sur la grande base isolante en liège (K sur la figure 1 4.2). Si la température dépasse 65 °C, attendre qu'elle revienne à cette valeur avant de passer à l'étape suivante.
- 6. Placez l'échantillon de liège sur le dessus du disque de Lee (C). Placez la chambre à vapeur (B), avec précaution et à l'aide de la pince en métal (F), sur le dessus de l'échantillon de liège (E). L'échantillon de liège doit apparaître entre les deux composants en laiton du montage (voir Figure 1 4.3). Vérifiez que l'ensemble complet est maintenant posé sur le support en acrylique (D). Assurez-vous que les sondes de température restent correctement placées.
- 7. Suivez à nouveau les températures T_{SC} et T_{LD} avec la calculatrice TI-Nspire CX. Lorsque T_{SC} et T_{LD} restent constantes, inscrivez alors les valeurs T_H et T_L sur la feuille de réponses. Attention, cette expérience peut prendre beaucoup de temps.

L'expérience 1 - 4.1 est terminée et vous devez maintenant tourner le curseur de commande sur '0' (si vous devez recommencer cette expérience, appelez un assistant de laboratoire) et déconnectez la sonde de température T-SC de l'interface d'enregistrement des données Lab Cradle.

Inscrivez vos résultats dans le tableau fourni pour la question 4.1.2. de la feuille de réponses.

Question 4.1.3

Sur la feuille de réponses, à partir de l'expression de H donnée au début, écrivez l'expression littérale qui permet de calculer le flux d'énergie thermique, H_{in} , qui s'écoule dans le disque de Lee à l'équilibre. L'expression doit être donnée en fonction de k (conductivité thermique de l'échantillon de liège) et des symboles des autres grandeurs mesurées.

***** Inscrivez vos résultats à la question 4.1.3. sur la feuille de réponses.

Question 4.1.4.

Dans la feuille de réponses, identifiez l'expression littérale correspondant à *a* dans la relation $H_{in} = k a$. L'expression de *a* doit être écrite en fonction des symboles des grandeurs mesurées. A partir des valeurs mesurées pour ces grandeurs, déterminez la valeur expérimentale de *a* (donnez les détails de vos calculs et exprimez *a* avec les unités appropriées).

Inscrivez vos résultats à la question 4.1.4. sur la feuille de réponses

1 - 4.2. Deuxième partie de la méthode du disque de Lee

Le but de cette deuxième partie de l'expérience est de mesurer la vitesse à laquelle le disque de Lee se refroidit. C'est la vitesse de refroidissement, notée r, à la température d'équilibre. La vitesse de refroidissement du disque de Lee est fonction de sa température. Lorsque le disque est à une température T donnée, sa vitesse de refroidissement est le rapport entre une faible variation de température dT_{LD} autour de T, et le court intervalle de temps, dt, nécessaire à cette variation : $r(T) = \frac{dT_{LD}}{dt}$. À l'équilibre, le flux d'énergie thermique de refroidissement du disque vers l'extérieur, H_{out}, peut être relié à la vitesse de refroidissement par l'expression :

$$H_{\text{out}} = mc \frac{\mathrm{d}T_{\text{LD}}}{\mathrm{d}t},$$
 avec $r(T) = \frac{\mathrm{d}T_{\text{LD}}}{\mathrm{d}t}$

où m est la masse du disque de Lee et $c = 377 \text{ J.kg}^{-1}$.K⁻¹ est la capacité thermique spécifique du matériau constituant le disque. La capacité calorifique spécifique correspond à l'énergie thermique nécessaire pour élever la température de 1 kg du matériau d'un degré Celsius.

Dans le protocole suivant, vous augmenterez la température du disque de Lee de 5 °C à 10 °C audessus de T_L , puis vous le laisserez refroidir, tout en mesurant continuellement la température du disque. Le refroidissement est dû à l'énergie thermique qui s'échappe du disque vers le milieu extérieur.

Protocole:

- 1. Retirez l'échantillon de liège du montage précédent à l'aide de la manique en tissu fournie et de la pince pour se protéger.
- 2. Réglez la puissance du générateur de vapeur entre 3,5 et 4 à l'aide du curseur de commande. En cas de problème avec la production de vapeur, veuillez appeler un assistant de laboratoire. Dans cette partie de l'expérience, la calculatrice TI-Nspire CX doit être utilisée en mode acquisition. Choisir une fréquence d'échantillonnage appropriée. Commencez à collecter les données de la sonde de température T-LD et attendez que le T_{LD} atteigne une valeur d'environ 5 °C à 10 °C audessus du T_L.
- 3. Tournez le curseur de commande sur "0" et débranchez l'appareil de l'alimentation électrique. En utilisant la manique en tissu comme protection, retirez la chambre à vapeur du haut du disque de Lee à l'aide de la pince et placez-la sur la grande base isolante en liège (K sur la figure 1 4.2). Placez le bloc isolant J (Figure 1 4.2) sur le disque et enregistrez la température T_{LD} en fonction du temps.

Question 4.2.1.

Choisissez des valeurs adéquates à partir des données recueillies afin d'en déduire le flux d'énergie thermique de refroidissement, H_{out} , du disque vers le milieu extérieur à la température de l'équilibre indiquée à la question 4.1.2.

Inscrivez vos résultats dans le tableau fourni à la question 4.2.1. de la feuille de réponses.

Question 4.2.2.

Placez les données du tableau (question 4.2.1.) sur le papier millimétré fourni.

* Placez les points sur le papier millimétré fourni.

Question 4.2.3.

Utilisez votre courbe pour évaluer la vitesse de refroidissement, r, à la température d'équilibre trouvée à la question 4.1.2. Présentez vos calculs sur la feuille de réponses, en indiquant les valeurs que vous avez utilisées.

***** Inscrivez vos calculs et vos résultats à la question 4.2.3. sur la feuille de réponses.

Question 4.2.4.

Sur la feuille de réponses, donnez l'expression littérale de la conductivité thermique de l'échantillon de liège, k, en fonction de m, c, et toute autre grandeur obtenue à partir de vos données expérimentales. En utilisant cette expression, calculez la conductivité thermique de l'échantillon de liège, k.

***** Inscrivez vos résultats à la question 4.2.4. sur la feuille de réponses.

1 - 4.3. Isolation thermique d'un bâtiment

La résistance thermique, R, d'une paroi est une mesure de sa capacité d'isolation thermique contre les pertes d'énergie thermique et peut être définie comme :

$$R = \frac{l}{k},$$

où k est la conductivité thermique du matériau et l est l'épaisseur de la paroi. Dans les bâtiments, les murs sont constitués de différentes couches de matériaux. Lorsque les surfaces intérieures et extérieures des murs sont à des températures différentes, un flux d'énergie thermique H circule à travers toutes les couches du mur du chaud vers le froid.

Question 4.3.1.

En déduire une expression littérale pour la résistance thermique totale, R_{total} , d'une paroi composée de deux couches d'épaisseur l_1 et l_2 , de matériaux ayant des conductivités thermiques différentes, k_1 et k_2 , respectivement, en fonction de l_1 , l_2 , k_1 et k_2 uniquement.

Sinscrivez vos calculs et résultats à la question 4.3.1. sur la feuille de réponses.

Question 4.3.2.

Une maison est construite avec des murs en béton à l'extérieur et une cloison sèche en plâtre de 2 cm d'épaisseur à l'intérieur. Pour éviter les pertes par conduction thermique, elle est isolée avec une couche en liège de 1 cm.

Sachant que la température extérieure (côté béton) de la maison est de 0° C et que celle à l'intérieur de la maison est maintenue à 20°C, calculez l'énergie perdue par conduction thermique pendant une heure à travers un mur d'une superficie de 50 m² pour les deux cas suivants :

i) un mur nu (béton + plâtre, non isolé) ;

ii) un mur isolé (béton + plâtre + liège).

Considérons les conductivités thermiques suivantes (données en unités SI : $W.K^{-1}.m^{-1}$) : béton : 1,10 ; plâtre : 0,17 ; liège : utilisez la valeur trouvée à la question 4.2.4.

Inscrivez vos calculs et vos résultats à la question 4.3.2. sur la feuille de réponses.

ANNEXE 1

Observation morphologique du matériel biologique, photos et images

1.1. Classification des feuilles en fonction de leur morphologie et disposition.

C - Disposition **E** – Disposition **A** - Nervation **B** - Formes **D- Marges** sur la tige 4 1 16 20 12 17 2 21 18 22 3 19 3 10 11 15 The Cambridge Illustrated Glossary of Botanical Terms, 2000

Figure : Légende pour la morphologie et l'arrangement des feuilles

A – Nervation	B – Formes	C – Disposition	D - Marges	E – Disposition sur la tige
1 – Pennées	4 – Linéaire	12 – Simple	16 – Entière	20 – Alternes
2 – Parallèle	5 – Oblongue	13 – Palmée composée	17 – Dentées	21 – Opposées
3 – Palmée	6 – Ovale	14 – Pennées composées	18 – Dentelée	22 – Enroulées
	7 – Pinnatipartite	15 – Bipennées composées	19 – Lobée	
	8 – Lobées palmées			
	9 – Oblong			
	10 – Lancéolée			
	11 – Sagittée			



1.2. Classification des Trichomes en fonction de leur morphologie et disposition

Figure : Légende pour la classification des Trichomes

Disposition	Forme
1 – Pubescente	5 – Glandulaire
2 – Pannose	6 – Bifide (2 types)
3 – Hirsute	7 – Stellaire (2 types)
4 – Peltée	8 – Pustulée

1.3. Classification des cupules suivant leur morphologie.



Figure : Légende pour la classification des cupules

1a, 1b – écailles protubérantes ; 2 – écailles fusionnées. Flora Iberica 2000.

ANNEXE 2

PIPETAGE

Instructions liées à la sécurité lors du pipetage

- Pipeter à la bouche est interdit !
- Insérer doucement le haut de la pipette dans le bas de la poire à pipeter afin de ne pas casser la pipette.
- Éviter que du liquide n'entre dans la poire à pipeter.



Poire à pipeter: (a) Air valve (vide l'air de la poire), (b) Suction valve (rempli la pipette de solution), (c) Empty valve (vide la pipette de la solution).

ANNEXE 3

Ti-Nspire

3.1. Collecter des données avec l'interface Lab Cradle d'enregistrement de données connectée à une calculatrice avec le logiciel TI-Nspire CX.

1. Connecter la calculatrice à l'interface :



2. Allumer la calculatrice.



1 - Bouton On/Off

3.2. Instructions pour le colorimètre Vernier

Le colorimètre Vernier est conçu pour déterminer la concentration d'une solution en analysant l'intensité de sa couleur. Le colorimètre mesure la quantité de lumière transmise à travers un échantillon à une longueur d'onde choisie par l'utilisateur.

Il existe 2 modèles : Modèle 1 et Modèle 2



Utilisation du colorimètre

Le colorimètre est simple d'utilisation. Connectez-le simplement à votre interface de collecte de données (la calculatrice graphique TI), configurer le logiciel (Vernier LabPro®) et tout est prêt pour faire des mesures. Pour de meilleurs résultats, laissez le système se stabiliser à la longueur d'onde souhaitée pendant 5 minutes avant de le calibrer ou de faire des mesures.

Procédure générale à suivre pour utiliser le colorimètre

- 1. Connectez le colorimètre à l'interface, dans la prise Ch1, Ch2 ou Ch3.
- 2. Allumez la calculatrice TI Nspire
- 3. Utilisez le curseur à l'aide du pavé tactile et appuyez sur l'icone



4. Le logiciel va identifier le colorimètre et charger une configuration de collecte de données par défaut.



- 5. Appuyez sur les boutons choisir la longueur expérience (430 nm, 470 nm, 565 nm ou 635 nm).
- < ou > du colorimètre pour d'onde voulue pour votre
- 6. Calibrer le colorimètre. **Note :** le colorimètre doit être allumé 5 minutes avant d'être calibré. Une des 4 LEDs vertes de sélection de la longueur d'onde doit être allumée quand le colorimètre est en marche.
 - a. Ouvrir le couvercle du colorimètre.
 - b. Placer la cuvette contenant le blanc (100% transmittance ou absorbance 0). Important: Aligner les faces transparentes de la cuvette avec la flèche blanche du colorimètre. Fermer le couvercle.
 - c. Ensuite, appuyez sur le bouton « CAL » pour commencer la calibration. Relâchez le bouton lorsque la LED rouge commence à clignoter. L'absorbance mesurée devrait maintenant être égale à 0.00 ou 0.01



- **d.** Quand la LED arête de clignoter, la calibration est complete et le colorimètre est prêt à collecter des données.
- 7. Collecting data.
 - a. Placez une cuvette contenant un échantillon dans l'emplacement. Important: Aligner les faces transparentes de la cuvette avec la flèche blanche du colorimètre. Fermer le couvercle.
 - **b.** Lisez la valeur d'absorbance obtenue.

3.3. Instructions pour les capteurs de température



1. Connectez le(s) capteur(s) à l'interface. Utilisez les premières prises "Ch".



2. Le programme détecte automatiquement le(s) capteur(s). Il démarre, par défaut, en mode « monitoring », comme montré sur l'image suivante :



- Pour passer du mode « monitoring » au mode « acquisition », cliquez sur le bouton
 Les données commenceront à être sauvegardées.
- 4. Pour ajuster le taux d'échantillonnage et définir la durée d'acquisition, cliquez sur tet faites les choix appropriés.

Collection Set-up Rate (samples/second): Rate (samples/second): Interval (seconds/sample): Duration (seconds): Duration (seconds): Number of points: Use Recommended Sensor Settings OK Cancel Mathematical Sensor Settings OK Cancel	1 Parts	TI- <i>NS</i> pire cx			
Rate (samples/second) Rate (samples/second): Interval (seconds/sample): Duration (seconds): Number of points: Vuse Recommended Sensor Settings OK Cancel	Carlos Park	Collection Set-up			
esc Cancel		Rate (samples/second) Rate (samples/second): Interval (seconds/sample): Duration (seconds): Number of points: Use Recommended Sensor Settings			
		esc Save III III III III III III III I			

- Les données enregistrées peuvent être visualisées par une jauge en appuyant sur , par graphique ou par tableau
- 6. Si vous souhaitez sauvegarder vos données, utilisez en haut de l'écran, choisissez « File » puis « Save » ou « Save as ».
- 7. Vous pouvez visualiser vos données sur le graphique en plaçant le curseur à l'endroit voulu.