



HAL
open science

Influence du pelliculage sur l'imbibition de semences de maïs. Expérimentation et modélisation

A. Schneider

► **To cite this version:**

A. Schneider. Influence du pelliculage sur l'imbibition de semences de maïs. Expérimentation et modélisation. Sciences du Vivant [q-bio]. Institut National Agronomique Paris Grignon, 1996. Français. NNT: . tel-02842860

HAL Id: tel-02842860

<https://hal.inrae.fr/tel-02842860>

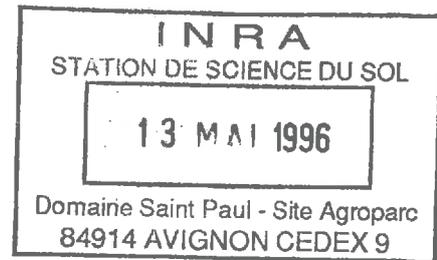
Submitted on 7 Jun 2020

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

THESE

présentée pour l'obtention



du **DIPLÔME DE DOCTEUR**

de **L'INSTITUT NATIONAL AGRONOMIQUE Paris-Grignon**

par

Anne SCHNEIDER

Influence du pelliculage sur l'imbibition de semences de maïs
Expérimentation et modélisation

Soutenue le 11 mars 1996

JURY :

M. R. CALVET	Professeur à l'INA-PG	Président
M. J. -F. DAIAN	Maître de Conférence à l'UJF	Rapporteur
M. P. RAYMOND	Directeur de Recherche INRA	Rapporteur
M. J. LAUMONNIER	ASEDIS-SO	Examineur
M. P. RENAULT	Chargé de Recherche INRA	Examineur
M. G. RICHARD	Chargé de Recherche INRA	Examineur
M. M. SEBILLOTTE	Professeur à l'INA-PG	Examineur

AVANT-PROPOS

Ce travail a été réalisé dans le cadre d'un contrat entre l'Association Interprofessionnelle pour le Développement des Semences du Sud-Ouest (ASEDIS-SO) et l'unité de Science du Sol de l'INRA d'Avignon. Ce contrat a vu le jour grâce aux capacités d'animation et de fédération de Jean Laumonnier, à qui j'adresse toutes mes félicitations et tous mes remerciements.

Le travail a été effectué à l'Unité de Science du Sol de l'INRA d'Avignon et je remercie Laurent Bruckler, en tant que directeur, de m'avoir acceptée au sein de son laboratoire.

Au cours de la préparation de ma thèse, j'ai bénéficié de l'encadrement particulièrement constructif et enthousiaste de Pierre Renault. Pierre a joué un rôle primordial dans la définition des grandes orientations de ce travail et a veillé de manière constante au maintien d'un bon équilibre entre expérimentation et modélisation. Pour l'ensemble des discussions que nous avons pu avoir (discussions nombreuses et toujours motivantes) ainsi que pour son soutien sans faille tout au long de ce travail, je tiens à remercier Pierre très chaleureusement.

Je tiens également à remercier l'ensemble du comité de pilotage qui s'est régulièrement réuni pour faire le point sur l'état d'avancement des travaux et m'aider à réorienter mes recherches en fonction des différents résultats obtenus. J'ai particulièrement apprécié les interventions engagées de Guy Richard et de Laurent Bruckler. Ces interventions, accompagnées de remarques pertinentes et constructives à propos du manuscrit qu'ils ont accepté de relire, m'ont amenée à prendre toujours plus de recul par rapport au travail réalisé. Un grand grand merci à tous les deux.

Je voudrais également remercier très respectueusement l'ensemble des membres de mon jury d'avoir accepté d'évaluer ce travail. Je suis particulièrement reconnaissante à Jean-François Daïan et à Philippe Raymond qui ont bien voulu jouer les rôles de rapporteurs de cette thèse, malgré les distances qui peuvent exister entre leurs propres domaines de recherche et le sujet que j'ai traité. J'ai été très honorée que Raoul Calvet accepte de présider le jury et que Michel Sébillotte accepte d'examiner mon travail malgré ses très nombreuses responsabilités. Enfin, j'ai été très heureuse que Guy Richard et Jean Laumonnier, qui se sont beaucoup investis dans ce travail, soient venus participer au jury.

Ce travail a été rendu possible grâce à l'appui scientifique et technique de nombreuses personnes, à qui j'exprime ici toute ma gratitude :

Claire Chenu m'a accueillie très chaleureusement à l'Unité de Science du Sol de l'INRA de Versailles et m'a permis de réaliser des mesures de mouillabilité des pellicules ;

Les observations au M.E.B. ont été réalisées à la Station de Pathologie Végétale de l'INRA d'Avignon, grâce à la détermination et au dynamisme de Brigitte Delecolle. J'ai été assistée de manière très amicale par Marie-Jeanne Pichot ;

Les déterminations du volume des semences et les mesures de porosimétrie ont été réalisées par Claude Jeandet, qui a été très dévoué et efficace. Jean-Claude Fies a été très disponible pour m'aider à interpréter certains résultats de porosimétrie ;

Grâce à Daniel Tessier, de l'Unité de Science du Sol de l'INRA de Versailles, j'ai pu compléter les courbes de rétention en eau des semences par des mesures réalisées dans un domaine de potentiel auquel nos équipements en Avignon ne nous permettaient pas d'accéder ;

Son collègue René Prost m'a rendu un très grand service en me faisant découvrir la laponite. En acceptant de me fournir des quantités suffisantes de cette précieuse poudre blanche, il m'a également permis de réaliser des gains de temps importants ;

Les estimations de la mouillabilité au mercure des semences et des pellicules ont été réalisées par Patrick Grellier à L'ENITHP d'Angers ;

En ce qui concerne la respiration et la germination des semences, j'ai été accueillie par Philippe Raymond au sein de son laboratoire de Physiologie des Semences de l'INRA de Bordeaux. Ma formation aux différentes techniques employées dans ce travail a été assurée de bonne grâce par Daniel Just, malgré son emploi du temps chargé ;

Alain Oriol, responsable de l'atelier de l'Unité de Science du Sol de l'INRA d'Avignon, m'a permis de disposer d'un matériel fiable et précis pour la réalisation de cylindres de sol compactés ;

Enfin, Pierre-Emmanuel Robert, Sylvie Carthagot et Laurent Vidal se sont succédés au cours de stages de 4 à 8 semaines. Leur contribution à l'acquisition des différents jeux de données et à la mise au point des protocoles finaux a été importante.

Encore merci à tous pour votre contribution sympathique et efficace à ce travail.

Ce travail a également été enrichi grâce à des discussions à propos de calcul numérique et de méthodes statistiques avec François Lafolie, de l'Unité de Science du Sol et Joël Chadœuf, de la Station de Biométrie de l'INRA d'Avignon. Je les remercie sincèrement pour leur investissement.

Michèle Maximilien, Georgette Puechlong et Michèle Fies m'ont permis de réaliser une recherche bibliographique exhaustive. Je les remercie toutes les trois pour leur gentillesse et leur diligence.

Enfin (last, but not least), je remercie l'ensemble de l'équipe de l'Unité de Science du Sol d'Avignon, pour son accueil comme pour toutes ses marques de sympathie et de soutien. Je pense plus particulièrement à Dalila, avec qui la cohabitation au sein du même bureau au cours de ces trois années a été marquée par le rire et la bonne humeur. Je pense aussi à tous les autres thésards ou aux nouvelles recrues, Adel, Béatrice, Olivier, Laurent, Stéphane, les 2 Claude, Mirla et Stéphanie, dont les coups de pouce et l'esprit de solidarité ont été très précieux. Je pense enfin à Nicole et Colette et à nos salutaires séances de gymnastique, aux nombreux déjeuners avec André, à l'humour de Maurice et Bernard, au rire d'Alain, etc.....

Merci à tous pour tous les bons moments passés ensemble !

TABLE DES MATIERES

INTRODUCTION GENERALE	1
CHAPITRE 1 : Synthèse bibliographique sur l'imbibition, la respiration et la germination de semences non-traitées et pelliculées	4
A. Pelliculage et traitement de semences	4
1. Les traitements classiques	4
1.1. La calibration et le tri.....	4
1.2. La pré-germination	5
1.3. Traitements chimiques	5
2. Le pelliculage.....	6
2.1. Objectifs du pelliculage.....	6
2.2. Technologie du pelliculage.....	7
2.2.1. Formulation.....	7
2.2.2. Application.....	9
2.3. Effets du pelliculage sur la germination	10
B. Imbibition des semences	12
1. Généralités.....	12
1.1. Caractéristiques générales de l'imbibition.....	12
1.2. Teneur en eau et potentiel critique pour la germination	12
1.2.1. Teneur en eau critique	12
1.2.2. Relation entre potentiel hydrique et teneur en eau	13
1.2.3. Origine du potentiel et relation avec l'humidité relative de l'air.....	13
2. Imbibition en phases liquide et gazeuse.....	15
2.1. Caractéristiques générales.....	15
2.1.1. Moteurs des transferts d'eau : les gradients de potentiel et de concentration.....	15
2.1.2. Transferts en phase liquide : la loi de Darcy	15
2.1.3. Transferts en phase gazeuse : la loi de Fick.....	15
2.1.4. Analogie entre les lois de Fick et de Darcy.....	16
2.1.5. Influence de la structure des semences sur l'imbibition.....	16
3. Imbibition de semences dans les sols	18
3.1. Le contact terre-semence et ses conséquences sur l'importance relative des imbibitions en phases liquide et gazeuse.....	18
3.1.1. Le contact terre-semence.....	18
3.1.2. Le contact eau liquide-semence	19
3.2. Influence de la conductivité hydrique du sol	20
4. Influence de facteurs divers sur l'imbibition des semences	21
4.1. Température et viscosité de l'eau.....	21
4.2. Tension superficielle	21
4.3. Propriétés physico-chimiques des semences	22
4.3.1. Taille des semences	22
4.3.2. Composition chimique.....	23
5. Imbibition de semences pelliculées.....	23

CHAPITRE 4 Influence des pellicules sur l'imbibition et la germination des

semences de maïs. Approche expérimentale	90
A. Caractérisation préliminaire des supports et des pellicules	90
1. Caractéristiques morphologiques.....	90
1.1. Les semences.....	90
1.1.1. Distribution des poids secs et conséquences sur le volume des semences	90
a. Distribution des poids sec.....	90
b. Relation poids sec-volume à la conservation.....	91
1.1.2. Effet de l'humidité sur le volume des semences	91
a. Relation volume moyen - humidité moyenne d'échantillons de semences	91
b. Modifications de la relation poids sec-volume liées à l'imbibition.....	92
1.1.3. Relation surface-volume	93
1.2. Les pellicules	93
1.2.1. Relation dose-poids sec pellicule.....	93
1.2.2. Relations entre les surfaces des semences et les poids secs des pellicules.....	95
1.2.3. Epaisseurs	96
1.3. Les billes de silice nues et pelliculées.....	98
1.3.1. Poids sec des billes de silice	98
1.3.2. Poids sec des pellicules.....	98
1.3.3. Epaisseur des pellicules	98
2. Propriétés hydriques.....	99
2.1. Propriétés d'adsorption	99
2.2. Mouillabilité	101
2.3. Stabilité mécanique.....	101
2.3.1. En phase gazeuse	101
2.3.2. En phase liquide	102
B. Effet des pellicules sur la germination pour différentes concentrations de l'atmosphère en O₂ et CO₂	103
1. Cinétiques de germination dans l'air.....	103
2. Sensibilité de la germination aux conditions d'alimentation en O ₂	104
2.1. Semences nues.....	104
2.2. Semences pelliculées.....	104
3. Cinétiques de germination en présence de CO ₂	105
3.1. Semences nues.....	105
3.2. Semences pelliculées.....	106
C. Influence des pellicules sur l'imbibition des semences et des billes de silice	108
1. Cinétiques d'imbibition moyennes	108
1.1. Imbibition en phase gazeuse.....	108
1.1.1. Imbibition des semences et des billes de silice en absence de pellicule.....	108
1.1.2. Pellicule A	108
1.1.3. Pellicule B.....	109
a. Billes de silice pelliculées	109

b. Semences pelliculées.....	109
1.1.4. Pellicule C.....	110
1.2. Phase liquide.....	110
1.2.1. Comparaison des 3 milieux d'imbibition.....	110
1.2.2. Pellicule A.....	111
1.2.3. Pellicule B.....	111
1.2.4. Pellicule C.....	111
2. Variabilité de l'humidité.....	112
2.1. Semences non-traitées.....	112
2.2. Semences pelliculées.....	113
3. Imbibition de semences dé-tégumentées.....	114

Chapitre 5 Modélisation de l'imbibition de semences pelliculées. Comparaison entre modèles et expériences..... 117

Introduction.....	117
A. Analyse des effets des pellicules par les modèles.....	118
1. Pellicule B.....	118
1.1. Etude des effets de la pellicule B appliquée sur billes de silice.....	118
a. Qualité des ajustements réalisés avec le modèle CPF.....	118
b. Relation dose-résistance.....	119
i. Ajustement de 1 paramètre.....	119
ii. Ajustement de 2 paramètres.....	121
iii. Comparaison des résistivités déduites des ajustements réalisés avec 1 et 2 paramètres.....	121
1.2. Etude des effets de la pellicule B appliquée sur semences de maïs.....	122
a. Qualité des ajustements réalisés avec le modèle CPF.....	122
b. Relation dose-résistance.....	122
i. Ajustement de 1 paramètre.....	122
ii. Ajustement de 2 paramètres.....	123
iii. Comparaison des résistivités déduites des ajustements réalisés avec 1 et 2 paramètres.....	125
1.3. Comparaison des résistivités ajustées sur les 2 supports.....	125
2. Pellicule A.....	129
2.1. Imbibition en phase gazeuse.....	129
a. Qualité des ajustements réalisés avec le modèle CPF.....	129
b. Résistance de la pellicule A.....	130
i. Ajustement de 1 paramètre.....	130
ii. Ajustement de 2 paramètres.....	130
iii. Comparaison des résistivités déduites des ajustements réalisés avec 1 et 2 paramètres.....	131
2.2. Phase liquide.....	131
a. Qualité des ajustements.....	132
b. Effet de résistance de pellicules.....	133
i. Ajustement de 1 paramètre.....	133
ii. Ajustement de 2 paramètres.....	133
2.2.1. Ajustement de conductivités par le modèle RDH.....	134

B. Etude de la variabilité de l'humidité.....	135
1. Semences non-traitées.....	135
1.1. Cinétiques d'imbibition moyennes.....	135
1.2. Corrélations poids sec - humidité.....	136
2. Semences pelliculées.....	137
Confrontation modèle-expérience : Bilan et perspectives.....	138
CONCLUSION GENERALE.....	141
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES.....	145
ANNEXES.....	152

INTRODUCTION GENERALE

Le traitement des semences est une des pratiques les plus anciennes en terme de lutte chimique en agriculture. Depuis ces vingt dernières années, des progrès importants ont été accomplis grâce à l'apparition de nouvelles matières actives et grâce au pelliculage des semences. Le pelliculage assure une application et une fixation durable de quantités précises de substances agrochimiques à la surface des semences. Cette application concerne principalement les matières actives phytosanitaires, mais également d'autres substances telles que des oligoéléments, des hormones de croissance ou des peroxydes destinés à améliorer l'oxygénation des semences dans les milieux saturés. Les possibilités de maintenir des bactéries d'intérêt agronomique dans des pelliculages sont à l'étude (*Rhizobium* pour la fixation d'azote et *Pseudomonas* pour leur rôle d'antagoniste ou de stimulateur de croissance). Indépendamment de tout rôle protecteur ou nutritif, les pellicules peuvent être destinées à modifier l'environnement hydrique de la semence. Les avantages du traitement de semences par pelliculage sont nombreux. L'application localisée des produits agrochimiques permet de diminuer les doses. Elle limite par ailleurs les risques de contamination de l'environnement et pourrait permettre, dans le cas des molécules systémiques, d'éviter une ou plusieurs interventions en végétation.

Les avantages du pelliculage peuvent cependant être limités par l'existence d'effets secondaires indésirables. Ainsi, des retards à la germination ont été observés pour certaines semences pelliculées. Peu d'articles traitent de ces effets secondaires et les informations remontent de manière informelle par des professionnels de la filière (techniciens ou commerciaux) en contact avec les agriculteurs. Ces informations ne permettent pas d'estimer de façon précise l'importance des retards observés. Quelques études ont été réalisées en laboratoire sur des semences traitées par des pellicules sans matières actives (Fernandez, 1990 ; Abi Atmi, 1991 ; Frem, 1992). Ces travaux semblent montrer que les pellicules pourraient influencer la germination des semences par l'intermédiaire des transferts d'eau et/ou des transferts de gaz respiratoires (O₂ et CO₂). Les semenciers et les entreprises phytosanitaires sont à la recherche de formulations limitant ces effets secondaires. La mise au point de tests simples leur

permettant d'évaluer les propriétés des pelliculages et leurs effets secondaires peut les aider dans cette recherche. Cette mise au point nécessite au préalable une analyse mécaniste des effets des pellicules sur l'imbibition, la respiration et la germination des semences.

Dans ce travail, nous nous sommes intéressés à l'influence des pellicules sur l'imbibition et, dans une moindre mesure, sur la germination des semences. Nos objectifs étaient :

- la mise en évidence des facteurs essentiels affectant l'imbibition de semences pelliculées et la quantification de ces effets. Il s'agissait à priori de la résistance au transfert d'eau spécifique à une pellicule, de sa mouillabilité et de son comportement mécanique au cours d'une imbibition ;
- l'analyse des effets résistifs des pellicules aux moyens de modèles mécanistes. Cette analyse a été réalisée après ajustements de paramètres relatifs aux caractéristiques hydrodynamiques du système semence-pellicule ;
- l'évaluation des possibilités de mise au point de tests simples à mettre en oeuvre pour estimer les propriétés des pellicules et pour prévoir leurs conséquences sur l'imbibition des semences.

Dans la première partie de ce travail, nous présentons une synthèse bibliographique permettant de resituer le pelliculage par rapport aux traitements classiques des semences (Chapitre 1). Dans cette même partie, nous analysons les principaux facteurs affectant l'imbibition et la respiration des semences. Nous recensons les données bibliographiques disponibles sur les propriétés de transferts des pellicules. Nos recherches se sont étendues aux pellicules utilisées dans les filières alimentaire et pharmaceutique.

Le deuxième chapitre de ce manuscrit présente les modèles d'imbibition retenus pour notre étude. Ces modèles nous ont servi à analyser les effets des pellicules sur l'imbibition des semences. Dans ce chapitre, nous évaluons les possibilités d'estimer les propriétés hydrodynamiques des pellicules malgré notre méconnaissance de la structure des semences.

Dans le chapitre 3, nous présentons l'ensemble des matériels et des méthodes expérimentales utilisés pour ce travail. Nous décrivons les mesures visant à une caractérisation préliminaire des différents matériaux en terme de grandeur moyenne et de variabilité autour de ces moyennes. Ces caractérisations concernent les supports utilisés pour les pellicules (semences, billes de silice et billes de verre) et les pellicules proprement dites. Elles portent sur la géométrie des systèmes, leur propriétés de rétention hydrique et leur mouillabilité. Nous présentons également les protocoles mis au point pour l'étude de l'effet des pellicules sur l'imbibition et la germination des semences.

Dans le chapitre 4, nous détaillons l'ensemble des résultats expérimentaux. Les différents effets des pellicules sur l'imbibition et la germination des semences sont interprétés de manière

qualitative à la lumière des résultats de caractérisation des pellicules. Nous évaluons dans quelle mesure les résultats relatifs à l'imbibition des semences peuvent expliquer l'effet des pellicules sur la germination.

Dans une dernière partie (chapitre 5), nous analysons l'effet des pellicules sur l'imbibition des semences au moyen des modèles présentés dans le chapitre 2. Nos objectifs étaient de quantifier les effets des pellicules et de distinguer les effets résistifs des effets de mouillabilité et d'éventuels autres effets qui auraient été préalablement ignorés. Pour répondre à ces objectifs, nous avons étudié plus spécifiquement les relations entre résistance au transfert d'eau et dose de pellicule. Nous voulions par ailleurs tester la fiabilité de notre méthode de caractérisation des pellicules. Pour ce faire, nous avons comparé les estimations faites à partir de l'étude de supports pelliculés différents. Notre analyse permet d'entrevoir la mise au point de protocoles simples de caractérisation des propriétés des pellicules utilisables par les semenciers et les sociétés phytosanitaires.

CHAPITRE 1

Synthèse bibliographique sur l'imbibition, la respiration et la germination de semences non-traitées et pelliculées

A. Pelliculage et traitement de semences

Compléments indispensables des programmes de sélection et de production semencière, les traitements de semences permettent essentiellement la protection des semences au cours de la conservation et lors de la germination. Nous verrons la place et l'intérêt du pelliculage par rapport aux traitements dits classiques, puis nous évaluerons, à partir des données de la bibliographie, l'influence du pelliculage sur la germination des semences.

1. Les traitements classiques

1.1. La calibration et le tri

La calibration et le tri permettent la constitution de lots de semences homogènes. Le nettoyage et le tri réalisés par différentes machines permettent l'élimination des impuretés (terre, cailloux), des semences cassées, ou des graines d'adventices. Le calibrage des semences, selon leur taille ou leur poids, permet d'assurer un semis de qualité, de limiter l'étalement des germinations et d'assurer une levée plus homogène.

1.2. La pré-germination

Les techniques de pré-germination, ou "priming", sont destinées à réduire la durée de germination au champ, et à synchroniser l'émergence des plantules. Elles consistent à placer les semences dans des conditions favorables à la réalisation des premières étapes de la germination (sable humide, eau pure ou solutions osmotiques), puis à freiner toute évolution ultérieure par le séchage des semences. Lorsque plusieurs cycles d'hydratation et de séchage se succèdent, on parle de "hardening". Ce type de traitements concerne surtout les espèces maraîchères (carotte, laitue, entre autre), le poivre, et la betterave sucrière.

1.3. Traitements chimiques

Les premiers traitements chimiques destinées à la désinfection des semences sont très anciens, puisque selon Semal (1982), "Pline l'ancien (60 av. J.C.) recommandait de tremper les graines de céréales dans du vin ou un extrait de feuilles de cyprès, dont on sait aujourd'hui qu'il dégage de l'acide cyanhydrique. Varo préconisait de traiter les semences avec de l'huile d'olive, de la chaux, des cendres, du vinaigre ou de l'urine tandis que Virgile signale l'enrobage des semences avec de l'extrait d'olive ou de la soude en vue de prévenir les dégâts de charançon". Il faudra cependant attendre les années 60 pour que la nécessité et l'intérêt d'une désinfection des semences soient des idées bien établies auprès des agriculteurs (Schiffers et Fraselle, 1988). Dans les traitements classiques destinés à protéger les semences contre les pathogènes présents dans le sol, à la surface, ou même à l'intérieur des semences, insecticides et fongicides sont appliqués par poudrage ou formulés dans des bouillies aqueuses. Ils peuvent être associés à des oligo-éléments destinés à prévenir toute carence (manganèse, zinc, fer, molybdène), ou à des hormones (acide indole acétique, gibbérellines) qui stimulent différentes fonctions lors de la germination (Tonkin, 1984).

Ces traitements traditionnels s'effectuent à la ferme dans des machines de type bétonnière ou en station de traitement industriel, chez les semenciers ou dans les coopératives, avec des appareils un peu plus sophistiqués. Ces techniques présentent deux inconvénients majeurs : la précision moyenne des applications et le manque d'adhésion des produits (Abou, 1993). En effet, elles ne garantissent pas une répartition homogène du produit autour de la semence, et la quantité de matière active par grain peut varier de 50% autour d'une valeur moyenne, entraînant des risques d'inefficacité en cas de sous-dosage, ou de phytotoxicité consécutive à un sur-dosage. D'autre part, la qualité moyenne d'adhésion des produits entraîne la formation

de poussières gênantes pour l'utilisateur, lors des manipulations et du stockage des graines. Elle augmente également les risques de pertes au champ par lessivage.

2. Le pelliculage

Des technologies nouvelles ont été développées pour pallier aux limites des traitements classiques, et/ou pour répondre à de nouveaux besoins des agriculteurs et des semenciers. Ainsi, l'enrobage, apparu sur le marché dans les années 60, consiste à appliquer autour des semences une quantité importante de produits de façon à augmenter et à régulariser la taille de la semence (betterave, carottes, tabac, entre autres). Cette technique permet la réalisation de semis de précision. Le pelliculage consiste à déposer à la surface des semences une pellicule constituée par des polymères aux propriétés filmogènes et adhésives, dans laquelle sont fixées différentes matières agrochimiques. La mise au point de capsules semi-perméables contenant des milieux nutritifs permet la conservation d'embryons naturels ou artificiels (Dupuis *et al.*, 1994). Parmi ces nouvelles formes de traitements, nous nous intéressons au pelliculage des semences.

2.1. Objectifs du pelliculage

Le pelliculage est d'abord un support qui permet la fixation durable de quantités importantes et précises de substances agrochimiques à la surface des semences. Il est à ce titre plus respectueux de l'environnement. Cette application concerne principalement les matières actives phytosanitaires, mais également d'autres substances entrant dans la composition des traitements traditionnels, oligo-éléments et hormones de croissances (Powell et Mathew, 1988). Le pelliculage offre également de nouvelles perspectives en terme de fertilisation, par l'incorporation de différentes formes d'azote et de phosphate dans des pellicules (Scott *et al.*, 1987, Hassan *et al.*, 1990). Enfin, il permet d'améliorer l'oxygénation des semences placées dans des milieux saturés en eau par l'intégration de peroxydes dans les formulations de pellicules (Leavers et Roberts, 1984, Dadlani *et al.*, 1992).

Depuis quelques années, les industries semencières cherchent à intégrer dans des pellicules des bactéries d'intérêt agronomique : les *Pseudomonas*, pour leur rôle d'antagoniste ou de stimulateur de croissance, et les *Rhizobium*, bactéries symbiotiques des légumineuses pour la fixation d'azote atmosphérique. Le principal obstacle à la bactérisation des semences est la survie des micro-organismes au sein de la pellicule au cours de la conservation des semences.

Indépendamment de tout rôle protecteur ou nutritif, le pelliculage peut avoir pour objectif la modification de l'environnement hydrique immédiat de la semence. Ainsi certains auteurs se sont intéressés à des pellicules hydrophiles, à base de polymères qui peuvent absorber jusqu'à 2000 fois leur poids d'eau, pour maintenir une humidité élevée autour de la semence en évitant les pertes par gravité ou par évaporation dans des lits de semences en dessèchement (Rietveld, 1976 ; Henderson et Hensley, 1987 ; Baxter et Waters, 1983, 1986). D'autres pellicules sont formulées pour retarder l'imbibition et la germination des semences (Mac Gowan et Williams, 1971 ; Hung et Sung, 1991). Des recherches ont également porté sur des pellicules adaptées aux milieux semi-arides où les précipitations sont irrégulières (Klein et Sachs, 1992) ; ces pellicules doivent réguler la germination en contrôlant l'imbibition, sans toutefois gêner les transferts de gaz respiratoires.

C'est également en ralentissant les transferts d'eau, mais en phase gazeuse uniquement, tout en limitant les contaminations, que les pellicules à base de poly(vinylidène chloride) appliqués par West *et al.* (1985) sur des semences de soja permettent d'améliorer leurs facultés de conservation.

2.2. Technologie du pelliculage

La formulation des pellicules, et leur mode d'application sont dérivés des techniques d'enrobage ou de pralinage pratiquées par les industries pharmaceutiques et agro-alimentaires.

2.2.1. Formulation

Une pellicule est préparée à partir de polymères "filmogènes" constituant le réseau principal du film, ainsi que de "plastifiants" et de différentes substances (mouillants, opacifiants, colorants) destinés à améliorer les qualités, au sens large, du pelliculage. Ces produits sont mis en solution dans l'eau ou grâce à des solvants organiques. On trouve très peu d'informations dans la presse spécialisée sur les compositions de pellicules agricoles, car celles-ci ne sont pas soumises à des procédures d'homologations, et relèvent du secret professionnel. Les généralités que nous présenterons dans ce paragraphe sont tirées d'un article de Laguna *et al.* (1975) concernant les pellicules pharmaceutiques.

- les filmogènes

Dans l'industrie pharmaceutique, les filmogènes sont constitués par des polymères organiques, qui vont déterminer en grande partie les propriétés physiques du film :

- la cohésion : c'est le pouvoir que possèdent des surfaces du même matériau de former, au niveau moléculaire, des fortes liaisons qui empêchent leur séparation aux points de contact ;
- l'adhérence : c'est-à-dire le pouvoir que possèdent deux surfaces voisines de matériaux différents de former des liaisons qui s'opposent à leur séparation ;
- la perméabilité aux gaz et à l'eau sous formes liquide et gazeuse ;

Les principaux filmogènes utilisés pour le pelliculage, peuvent être classés en dérivés protéiques, cellulosiques, polyoxyéthylénés, vinyliques et acryliques.

- les plastifiants

Ils agissent en réduisant les interactions entre les chaînes de polymères ; en augmentant de ce fait les possibilités de glissement de ces chaînes les unes par rapport aux autres, ils accroissent les capacités d'étalement du film et diminuent sa fragilité. Les qualités fondamentales d'un plastifiant vis-à-vis du polymère sont :

- la compatibilité : un plastifiant est d'autant plus efficace que sa structure se rapproche de celle du polymère qu'il plastifie ;
- la rémanence : elle est très importante puisqu'elle conditionne la stabilité du film au cours du temps.

Les plastifiants les plus couramment utilisés dans l'industrie pharmaceutique appartiennent à deux grandes familles chimiques : les glycols et les esters aliphatiques.

- les solvants

Les solvants sont choisis en fonction de la nature des agents filmogènes et plastifiants, dont ils doivent assurer la dissolution maximale, et en fonction des caractéristiques de la solution de pelliculage ainsi obtenue :

- la tension superficielle : une faible tension superficielle favorise la formation de gouttelettes très fines qui couvriront de façon plus régulière la surface des semences lors de la pulvérisation ; elle permet un étalement rapide et facile de la solution, et améliore de ce fait l'adhérence de la pellicule ;
- la viscosité : une faible viscosité présente les mêmes avantages qu'une faible tension de surface ;
- la vitesse d'évaporation du solvant : elle joue un rôle important sur la qualité des films obtenus ;
- inflammabilité et toxicité.

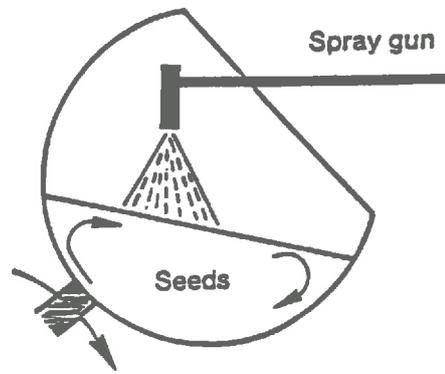


figure 1. a. Pelliculage par pulvérisation-séchage en turbine.

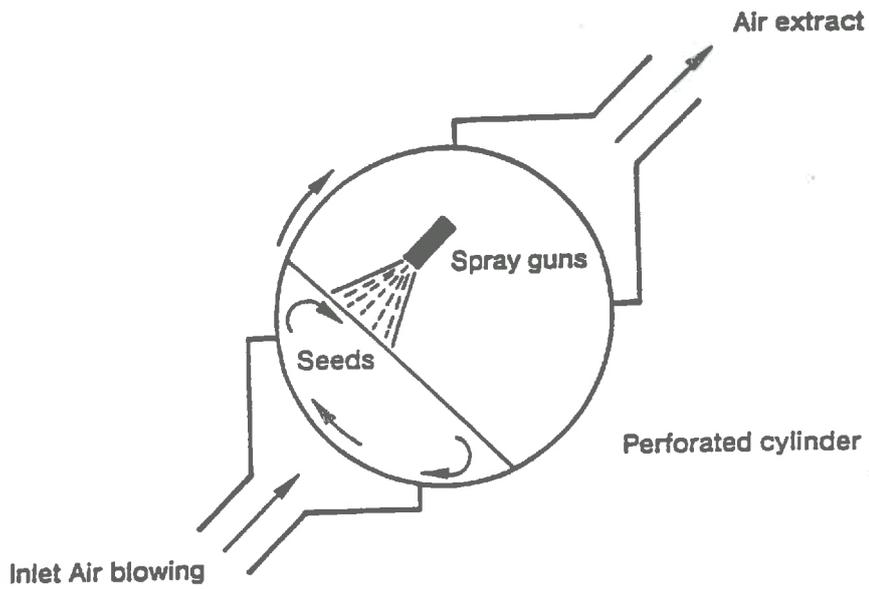


figure 1. b. Pelliculage en turbine ventilée.

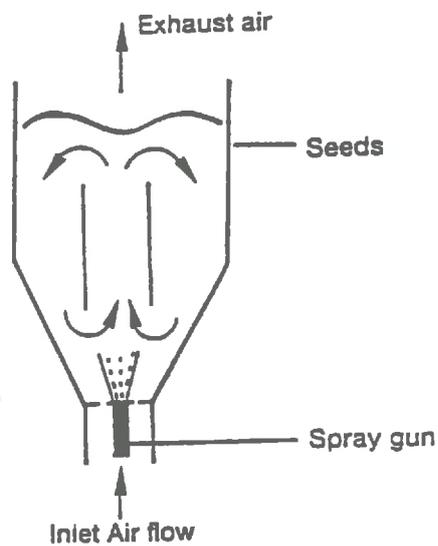


figure 1. c. Pelliculage sur lit d'air fluidisé.

figure 1. 1: Différentes techniques d'application des pellicules.

Dans l'industrie pharmaceutique, les principaux solvants utilisés sont des alcools, des dérivés chlorés, des cétones, esters ou hydrocarbures.

Les produits intervenant dans la formulation de pellicules sont donc de natures très diverses et les propriétés des films obtenus dépendent à la fois des caractéristiques intrinsèques de chacun de leurs composants, et des effets liés à leurs interactions. Elles sont également fonction des techniques d'application.

2.2.2. Application

Les pellicules peuvent être appliquées sur les semences par différents procédés qui définissent en grande partie le coût du traitement (par le niveau d'investissement nécessaire, et le rendement horaire) ainsi que la précision du dosage de matière active par semence.

- la voie humide

Une première méthode consiste à injecter la solution par un septum dans une cellule rotative où les semences ont été préalablement placées : c'est le barattage. La répartition de la solution à la surface des semences est assurée par l'agitation du système. Un deuxième mode d'application consiste à utiliser les équipements de traitement traditionnels de type bétonnière. Ce type de procédé est économique et résout les problèmes d'adhésion des produits à la surface des semences, mais ne permet pas d'obtenir un dosage précis de la matière active appliquée par semence.

- le pelliculage par pulvérisation-séchage

Le procédé consiste à pulvériser de très petites gouttes de solutions de traitement sur des semences en mouvement, et à assurer simultanément l'évaporation des solvants. Le pelliculage par pulvérisation-séchage est effectué en turbines, dans des systèmes à flux d'air fluidisé, ou dans des machines plus complexes pilotées par ordinateur dans lesquelles le flux de formulation est contrôlé en cours d'application sur les semences (figures 1.1). Cette technique assure une meilleure répartition de la pellicule à la surface des semences, et permet de ce fait un dosage plus précis de la matière active. Pour les équipements les plus spécialisés, les variations de quantités appliquées entre graines n'excèdent pas 2% (Abou, 1993). Des pelliculages-multicouches peuvent être obtenus par une série de pulvérisation-séchage. Ils permettent

d'intégrer les substances agrochimiques dans une couche au contact de la semence, puis de la recouvrir d'une pellicule externe ne contenant que des colorants, assurant ainsi à l'agriculteur une isolation parfaite vis-à-vis des matières actives. L'épaisseur de l'ensemble des couches obtenues est de l'ordre de 50 microns.

2.3. Effets du pelliculage sur la germination

L'effet d'une pellicule sur la germination des semences s'exprime à travers des différences de cinétiques et de vigueur des plantules. Les variables les plus fréquemment observées sont le T50, date à laquelle 50% des semences ont germé, le taux final de germination, et la hauteur ou le poids sec des plantules à une date donnée. Leur analyse permet de vérifier l'adéquation de la formulation aux objectifs recherchés. Dans le cas des variables relatives aux caractéristiques des plantules, il n'est souvent pas possible de faire la distinction entre les effets des pellicules sur la germination au sens strict et leurs effets sur la croissance de la plantule.

L'influence de pellicules très hydrophiles sur la germination de trois espèces forestières a été évaluée par Henderson et Hensley (1987) dans des situations d'alimentation en eau contrastées. Ils montrent que ces pellicules n'ont jamais d'effet significativement positif, ni sur la germination, ni sur la vigueur des plantules, mais qu'elles peuvent au contraire entraîner des retards à la germination. Ils font l'hypothèse que ces retards, observés sur le robinier faux-acacia pour la fréquence d'irrigation la plus élevée, sont liés à des problèmes de diffusion de l'oxygène à travers la pellicule saturée. Baxter et Waters (1986) ont également étudié l'effet de pellicules très hydrophiles. L'expérimentation a été réalisée au champ sur maïs et sur pois, pour deux dates de semis, deux sols différents et plusieurs doses de pellicule ; peu de précision sont apportées sur la conduite des cultures, et notamment sur leur alimentation hydrique. L'effet des pellicules, estimé à travers l'analyse du taux de germination final, et du rendement moyen des cultures, est plutôt négatif pour le pois, et au contraire sensiblement positif pour le maïs. Dans ce deuxième cas, il est principalement fonction de la dose appliquée. Cet effet est interprété en terme d'influences conjointes des pellicules sur les transferts d'eau et les transferts de gaz respiratoires. Ces deux aspects seront développés dans les parties qui suivent.

Mac Gowan et Williams (1971) cherchent à diminuer la vitesse de germination de l'orge en appliquant sur les semences des pellicules hydrophobes à base de paraffine ou de polyuréthane. Leurs objectifs ne sont que partiellement atteints, car si ces pellicules augmentent le T50, elles entraînent également une diminution significative du taux final de germination. Sans vouloir aller trop loin dans l'analyse de ces observations, on peut penser que la réduction de la qualité germinative du lot peut être liée à un effet de toxicité des pellicules, ou à leur mode d'application (température élevée de la paraffine, ou effet du gaz solvant).

La formulation d'enrobages pose des problèmes similaires à la formulation des pellicules. Millier et Bensin (1974) ont rappelé que l'effet des enrobages sur la germination des semences est fonction de leur composition et de l'humidité du sol ; les enrobages hydrophiles plutôt adaptés à des sols relativement secs, peuvent considérablement gêner la germination dans des sols proches de la saturation, et l'effet inverse sera observé pour des enrobages hydrophobes. Ils préconisent donc la recherche de formulations polyvalentes, permettant d'obtenir des germinations maximales quelles que soient les conditions du milieu d'implantation des semences, et proposent un enrobage pour les semences de laitue qui répond à ce cahier des charges. Pour améliorer la germination et le rendement de betteraves (alimentaires) dans des sols humides, Khan et Taylor (1986) simulent l'effet positif d'un état plutôt sec du lit de semences en incorporant du P.E.G. (polyéthylène glycol) dans des enrobages.

Enfin, au cours de leurs études concernant des pellicules qui seraient adaptées aux milieux semi-arides, Klein et Sachs (1992) ont été amenés à s'interroger sur l'existence d'un effet mécanique des pellicules, qui opposeraient une résistance non négligeable à l'émergence de la racine. Ils constatent en effet que les plantules issues de semences pelliculées ayant eu des retards à la germination se développent plus rapidement que les témoins nus. Ceci peut s'expliquer si l'on admet qu'un certain nombre des modifications physiologiques consécutives à la germination sensu-stricto ont été amorcées au sein de la semence pelliculée, et que celle-ci n'était donc qu'en apparence non-germée.

Conclusion

Du fait de leur position à l'interface semence-milieu, les pellicules peuvent constituer une barrière mécanique à l'émergence de la racine, et/ou intervenir sur les transferts d'eau et de gaz respiratoires entre les semences et leur milieu d'implantation. Parmi les différents effets des pellicules, certains peuvent être considérés comme des effets voulus ou recherchés, alors que d'autres appartiennent à la catégorie des effets secondaires parfois indésirables. Pour bien analyser le déterminisme de ces effets, il est nécessaire de faire le point sur les principaux facteurs qui déterminent la vitesse de germination des semences.

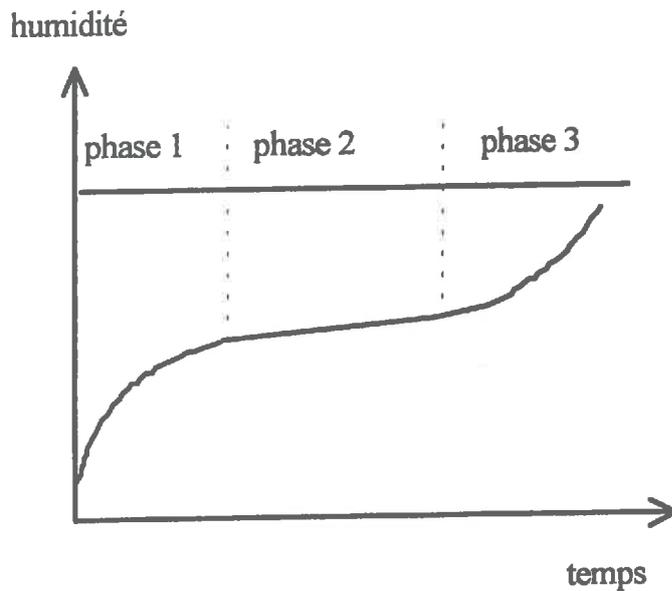


figure 1. 2. Les trois phases d'une cinétique d'imbibition.

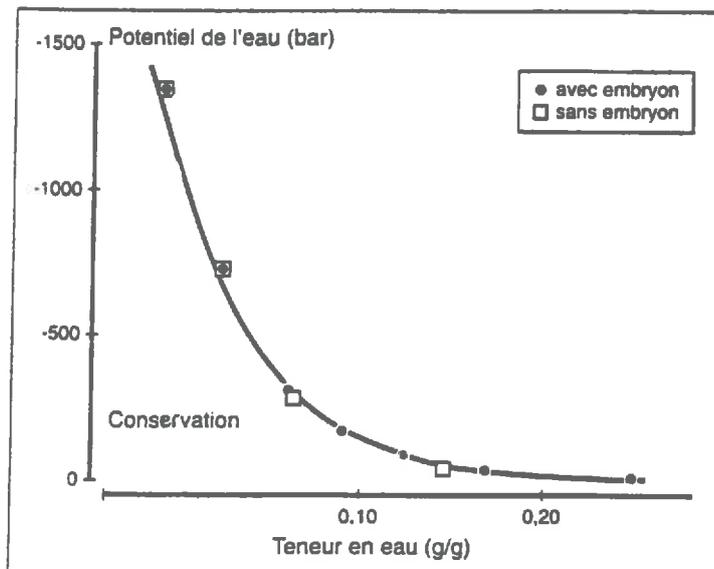


figure 1. 3. Potentiel en eau d'une semence en fonction de sa teneur en eau (cas du maïs). Une semence "sèche" (humidité à la conservation par exemple) peut exercer des succions considérables vis-à-vis du milieu extérieur, de l'ordre de 1000 bars ou plus. Tiré de Bruckler et Bouaziz (1991).

B. Imbibition des semences

1. Généralités

1.1. Caractéristiques générales de l'imbibition

Si l'on suit l'évolution de la quantité d'eau absorbée par les semences au cours de la germination (voir figure 1.2), les courbes obtenues présentent généralement 2 ou 3 phases.

La première phase correspond à une prise d'eau très rapide, qui se stabilise au niveau d'un pallier. C'est un phénomène purement physique qui ne dépend pas de la composition en O₂ et CO₂ de l'atmosphère qui entoure les semences, ni de l'état physiologique des semences (viabilité, dormance, mort) (Dasberg *et al.*, 1966 ; Côme, 1970 ; Bewley et Black, 1978 ; Bruckler, 1983).

Pendant la seconde phase, les semences ne s'imbibent plus. Si l'humidité atteinte au cours de la phase 1 est suffisante, et si les semences sont viables et non-dormantes, l'activité métabolique amorcée dans la phase 1 s'intensifie et se traduit morphologiquement par la percée de la radicule. L'absorption d'eau reprend alors au cours de la troisième phase avec l'allongement de la radicule. La phase 2 est plus ou moins longue selon la température de germination (Simon, 1984).

Si l'humidité atteinte à l'issue de la phase 1 n'est pas suffisante, les semences restent en phase 2 et ne germent pas.

1.2. Teneur en eau et potentiel critique pour la germination

1.2.1. Teneur en eau critique

Les observations relatives aux cinétiques d'imbibition ont conduit à la définition d'une humidité critique propre à chaque espèce, qui correspond à la teneur en eau au delà de laquelle l'alimentation hydrique n'est plus limitante vis-à-vis de la germination (voir tableau 1). Mac Donald *et al.* (1988) ont donné une justification physiologique à l'existence de cette humidité-seuil en faisant l'hypothèse qu'elle est reliée à une pression de turgescence minimale en dessous de laquelle il ne peut y avoir de croissance cellulaire. Ceci les a amenés à déterminer une

humidité critique propre à l'embryon, puisque si l'ensemble des tissus participe à l'imbibition de la semence, seul l'embryon germe.

Espèce	Humidité critique	Référence
Maïs	25 %	Bruckler, 1983
	30.5 %	Hunter, 1952
Blé	24 %	Bouaziz, 1989
Riz	26.5 %	Hunter, 1952
Soja	50 %	Hunter, 1952
	de 55 à 60 %	Mac Donald, 1988
Soja, embryon	80 %	
Betterave sucrière	31.0 %	Hunter, 1952

tableau 1 : Humidités critiques de différentes espèces.

Les humidités sont exprimées en masses d'eau pour 100g de poids frais de semences.

1.2.2. Relation entre potentiel hydrique et teneur en eau

Comme tout corps absorbant, une semence peut être caractérisée à tout moment par une teneur en eau, et un potentiel hydrique qui correspond aux forces qui lient les molécules d'eau absorbées à ses constituants. A une humidité critique correspond donc un potentiel hydrique critique, en dessous duquel la germination n'est pas possible.

Pour les semences de maïs, Bruckler (1983) a déterminé la relation entre humidité et potentiel hydrique représentée sur la figure 1.3. Le potentiel critique des semences de maïs se situe autour de $-1,6$ MPa.

1.2.3. Origine du potentiel et relation avec l'humidité relative de l'air

Le potentiel hydrique d'un milieu correspond à l'énergie nécessaire pour extraire une quantité d'eau de ce milieu, et la ramener à l'état d'eau "libre". Cette énergie doit s'opposer à trois types de forces qui s'exercent sur l'eau et qui correspondent aux trois composantes du potentiel hydrique total. On a :

$$\psi_t = \psi_m + \psi_g + \psi_o$$

avec : ψ_m : le potentiel matriciel ;
 ψ_o : le potentiel osmotique ;
 ψ_g : le potentiel gravitaire.

Le potentiel matriciel résulte des interactions entre l'eau et la matrice solide (adsorption et capillarité).

Le potentiel gravitaire correspond à l'énergie mise en jeu par l'attraction de la pesanteur. En milieu non saturé, ce terme est souvent négligé par rapport au potentiel matriciel.

Le potentiel osmotique est lié à la présence de solutés dans l'eau. Dans les sols, il est souvent négligé par rapport au potentiel matriciel, sauf dans le cas des sols salés ou après un épandage d'engrais. Par contre, dans les tissus vivants, et donc par exemple dans l'embryon des semences, le potentiel osmotique détermine sans doute en grande partie le potentiel total de l'eau.

Quand un absorbant est en équilibre thermodynamique avec l'atmosphère environnante, son potentiel hydrique est lié à l'humidité relative $\left(\frac{p}{p_0}\right)$ de l'atmosphère par l'intermédiaire de la loi de Kelvin:

$$\psi = \frac{RT}{Mg} \times \ln\left(\frac{p}{p_0}\right)$$

avec : ψ : potentiel hydrique [m] ;
R : constante des gaz parfaits [$Pa \cdot m^3 \cdot mol^{-1} \cdot K^{-1}$] ;
T : température absolue [K] ;
M : masse molaire de l'eau [$kg \cdot mol^{-1}$] ;
g : accélération de la pesanteur [$m \cdot s^{-2}$] ;
p : pression partielle de vapeur d'eau [Pa] ;
 p_0 : pression de vapeur saturante [Pa].

La figure 1.4. représente la relation entre le potentiel et l'humidité relative de l'atmosphère à 20°C. Nous noterons surtout que le potentiel critique des semences de maïs correspond à une humidité relative de 98,9%. La germination des semences de maïs en phase gazeuse n'est donc possible que dans des atmosphères proches de la saturation.

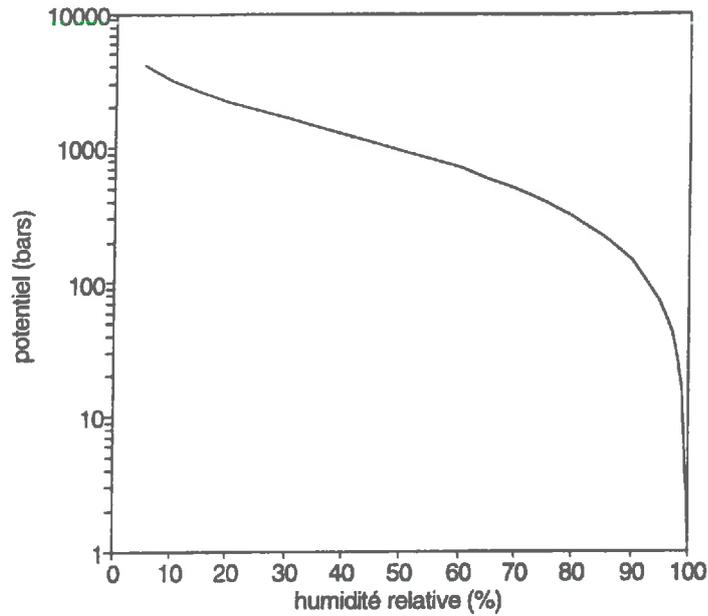


figure 1. 4. Relation entre le potentiel hydrique d'un corps et l'humidité relative de l'atmosphère avec laquelle il est en équilibre.

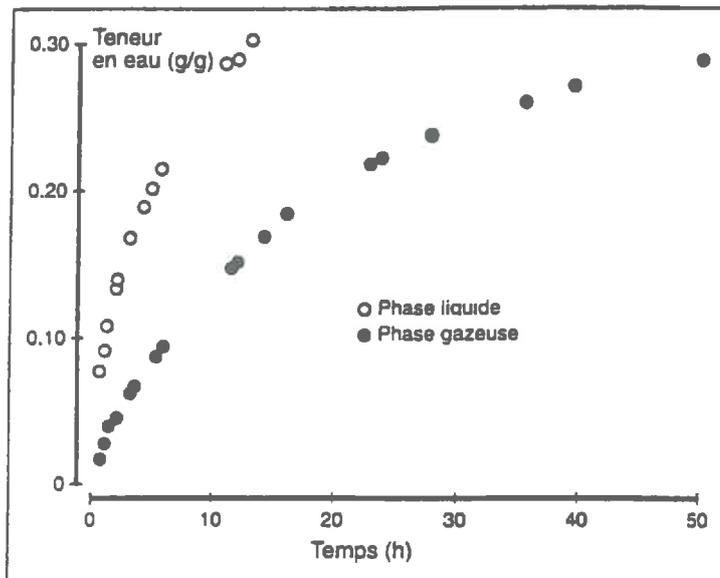


figure 1. 5. Imbibition de la semence en phases liquide et gazeuse (cas du maïs). Les semences de maïs ou de blé par exemple s'imbibent aussi bien en phase liquide (contact liquide) qu'en phase gazeuse, mais l'humectation en phase gazeuse est toujours plus lente. Tiré de Bruckler et Bouaziz (1991).

2. Imbibition en phases liquide et gazeuse

2.1. Caractéristiques générales

Les semences s'imbibent aussi bien en phase liquide qu'en phase gazeuse, mais comme le montre la figure 1.5., les absorptions d'eau en phase gazeuse sont toujours plus lentes (Bruckler, 1983). Nous étudierons séparément ces deux modes d'imbibition et montrerons les facteurs et conditions qui déterminent l'allure des cinétiques.

2.1.1. Moteurs des transferts d'eau : les gradients de potentiel et de concentration

2.1.2. Transferts en phase liquide : la loi de Darcy

Les transferts d'eau en phase liquide se font sous l'effet de différences de potentiel hydrique qui existent entre 2 milieux. Le sens et l'intensité des transferts sont indiqués par la loi de Darcy, dont la formulation générale est la suivante :

$$\bar{q}_l = -[K(\theta)] \cdot \bar{\nabla}(\psi)$$

avec: \bar{q}_l : flux d'eau en phase liquide $[m^3 \cdot s^{-1} \cdot m^{-2}]$

θ : humidité volumique $[m^3 \cdot m^{-3}]$

$K(\theta)$: conductivité hydrique $[m^2 \cdot Pa^{-1} \cdot s^{-1}]$

$\bar{\nabla}(\psi)$: gradient de potentiel $[Pa \cdot m^{-1}]$

La vitesse et l'importance de la prise d'eau par une semence au cours de l'imbibition dépendent donc en partie de la différence entre les potentiels hydriques de la semence et ceux du milieu extérieur. L'existence de flux d'imbibition nuls (à l'issue de la phase 1) résulte de l'égalisation de ces potentiels.

2.1.3. Transferts en phase gazeuse : la loi de Fick

Les transferts d'eau en phase gazeuse se font sous l'effet de différences de concentration de vapeur d'eau qui existent entre 2 milieux. Le sens et l'intensité des transferts sont indiqués par la loi de Fick, dont la formulation générale est la suivante :

$$\bar{q}_v = -[D(\theta)] \cdot \bar{\nabla}(C_{H_2O})$$

avec: \bar{q}_v : flux d'eau en phase vapeur [$mol \cdot s^{-1} \cdot m^{-2}$]
 $D(\theta)$: coefficient de diffusion de la vapeur d'eau [$m^2 \cdot s^{-1}$]
 $\bar{\nabla}(C_{H_2O})$: gradient de concentration de la vapeur d'eau [$mol \cdot m^{-3} m^{-1}$]

2.1.4. Analogie entre les lois de Fick et de Darcy

Les transferts d'eau en phase liquide peuvent être décrits par une loi dont le formalisme s'apparente à celui de Fick. Cette loi de Fick généralisée dérive de la loi de Darcy qui peut se développer sous la forme suivante :

$$\bar{q}_l = -[K(\theta)] \cdot \frac{\partial \psi}{\partial \theta} \cdot \bar{\nabla}(\theta)$$

et en posant $D(\theta) = K(\theta) \times \frac{\partial \psi}{\partial \theta}$, on a :

$$\bar{q}_l = -[D(\theta)] \cdot \bar{\nabla}(\theta)$$

Par ce changement de variable, on peut donc exprimer la loi de Darcy sous une forme analogue à la loi de diffusion de Fick.

En phase liquide comme en phase gazeuse, le potentiel de l'eau du milieu d'implantation de la semence agit simultanément sur la vitesse et le seuil maximal d'humectation des semences ; il détermine donc une possibilité de germination et, le cas échéant, il détermine probablement une partie de sa cinétique.

2.1.5. Influence de la structure des semences sur l'imbibition

La composition hétérogène et la forme irrégulière des semences complique l'analyse des phénomènes de diffusion vers les semences comme à l'intérieur des semences.

En ce qui concerne le maïs, Wolf *et al.* (1952) suggèrent, après une étude approfondie de la structure des caryopses, que l'absorption d'eau liquide se fait préférentiellement par le

pédicelle, car la surface externe du péricarpe est cutinisée. Des forces capillaires entraînent alors une progression rapide de l'eau à travers les assises cellulaires internes du péricarpe vers le pôle apical des semences. L'eau diffuse ensuite lentement à travers les téguments internes, issus de l'ovule et à travers la couche de cellules à aleurones vers l'embryon et l'endosperme (Krotcha *et al.*, 1980).

Ces résultats ont été confirmés par Bourdu et Bousser (1990) qui ont suivi le cheminement d'eau colorée à l'intérieur des semences, ainsi que par Ruan *et al.* (1992) qui ont utilisé des techniques liées à la Résonance Magnétique Nucléaire. Song et Lichtfield (1990) ont également mis en évidence grâce à la R.M.N. l'existence de voies de transfert d'eau privilégiées le long de la couche glandulaire du scutellum (ou endosperme ou cotylédon) lors du séchage de semences.

Si le pédicelle semble donc pour la plupart des auteurs une voie d'entrée d'eau privilégiée, Bruckler (1983) montre au contraire que son imperméabilisation n'entraîne que de faibles variations de la cinétique d'imbibition en phase liquide et estime de ce fait que l'absorption d'eau se fait de manière plutôt homogène à travers toute la surface de la semence. L'analyse de Bruckler (1983) est plus quantitative que celle des auteurs précédemment cités. Aussi, dans la suite de ce travail, nous admettons que les transferts d'eau vers les semences de maïs ne présentent pas de voie d'entrée préférentielle marquée.

De manière plus générale, l'existence de chemins préférentiels pour l'imbibition est liée à la coexistence au sein des semences d'entités ayant des résistances aux transferts d'eau différentes. Ainsi l'amidon vitreux s'imbibe plus lentement que l'amidon farineux, mais surtout, les téguments opposent une résistance à l'entrée d'eau souvent supérieure à celle des tissus sous-jacents. Toute lésion des téguments de semences de pois ou de soja entraîne des augmentations de la vitesse d'imbibition (Tully *et al.*, 1981). Calero *et al.* (1981) confrontent des données relatives à la vitesse d'imbibition des semences avec des observations de la structure des téguments réalisées à l'aide d'un Microscope Electronique à Balayage. Ils montrent ainsi que la perméabilité à l'eau des téguments de semences de soja est fonction du nombre, de la taille et de la forme des pores qu'ils contiennent, ainsi que de la quantité de cire qui couvre l'épiderme. De façon plus précise, ils mettent en évidence l'existence de corrélations entre les caractéristiques des téguments (épaisseur de tégument et nombre de pores fonctionnels) et la vitesse d'imbibition en phase gazeuse, mais ne retrouvent pas ce résultat pour des imbibitions en phase liquide. Leur étude nous conduit donc à penser que les mécanismes par lesquels les téguments régulent l'absorption d'eau varient selon les conditions d'imbibition.

3. Imbibition de semences dans les sols

Une semence de maïs s'imbibant beaucoup plus rapidement en phase liquide qu'en phase gazeuse et ne présentant pas de voies d'entrée d'eau préférentielles (Bruckler, 1983), on montre que sa vitesse d'imbibition dans un sol est liée à la part relative des transferts d'eau ayant lieu dans chacune des phases. De manière plus précise, la vitesse d'imbibition des semences dans un milieu agrégé dépend du potentiel de l'eau, du contact terre-semence, de la surface de la semence en contact avec de l'eau liquide, et de la conductivité hydrique du milieu. Sedgley (1963), Manohar et Heydecker (1964), Collis-Georges et Sands (1962), Collis-Georges et Hector (1966), n'ont pas suffisamment découlé les effets de ces différents paramètres. Leurs conclusions sur les influences respectives du potentiel, des contacts sol-semence, eau liquide-semence, et de la conductivité hydrique sont de fait souvent contradictoires.

3.1. Le contact terre-semence et ses conséquences sur l'importance relative des imbibitions en phases liquide et gazeuse

3.1.1. Le contact terre-semence

On parle de contact terre-semence pour désigner la part de la surface de la semence en contact avec les agrégats du sol. La qualité de ce contact dépend des tailles et formes respectives de la semence et des agrégats, ainsi que du degré de compaction du massif d'agrégats (voir figure 1.6.).

Le contact terre-graine est une grandeur difficile à mesurer. Bruckler (1983) a proposé une méthode indirecte d'estimation de ce contact, pour des semences placées dans un milieu agrégé, dont les agrégats sont saturés, de petite taille (2 à 3 mm), et contiennent toute l'eau du système. L'humidité du milieu est d'environ 20 %, et correspond à un potentiel de -0.7 bars (-0.07 MPa). L'augmentation de la densité du massif d'agrégats entraîne une accélération de l'imbibition des semences, qui est uniquement liée à l'accroissement de la part de la surface de la semence en contact avec les agrégats et donc avec de l'eau liquide (S_l). Le modèle d'imbibition de Bruckler (1983) permet d'ajuster des rapports $\frac{S_l}{S_t}$, avec S_t la surface totale de

la semence, qui permettent de rendre compte de manière très satisfaisante des différentes vitesses d'imbibition. Ces rapports varient de manière linéaire avec $1-n_s$, n_s étant la porosité structurale du massif d'agrégats. (voir figure 1.7.).

Dans ce cas, le contact terre-semence est équivalent au contact semence-eau liquide.

Dans des domaines de potentiel plus proches de 0, le volume poral structural n'est pas uniquement un volume d'air, car il y a formation de ménisques inter-agrégats. Dans cette configuration, le contact terre-semence détermine en grande partie la forme des ménisques et influe donc sur le contact semence-eau liquide. La porosité des agrégats joue un rôle important.

Dans le cas d'agréats non-saturés, les flux d'eau ne se font pas en phase liquide sur l'ensemble de la surface de la semence en contact avec le sol. Le contact terre-semence détermine néanmoins une partie de la vitesse d'imbibition, en multipliant les fractions de surfaces fonctionnant en phase liquide.

3.1.2. Le contact eau liquide-semence

Deux grands types d'approches ont été développées pour étudier la qualité et le déterminisme du contact semence-eau liquide. La première est expérimentale : elle consiste à mettre en évidence et à mesurer les zones de la surface en contact avec l'eau liquide. Sedgley (1963) utilise un traitement de semences à base de réactifs sensibles à la présence d'eau liquide. Il montre ainsi qu'une différence de potentiel de l'ordre de -0.01 MPa dans un domaine proche de la saturation, entraîne une diminution significative de la qualité du contact (estimée à environ 30% à partir de photographies). Cette méthode n'est applicable que dans des cas simples où la semence est posée sur un milieu, mais ces résultats peuvent être extrapolés à des cas plus complexes. En effet, les travaux de Grable et Danielson (1965), ont montré qu'entre 0 et -0.3 bar, des variations de potentiel de -0.1 bar (-0.01 MPa) ont une influence négative sur la germination. On peut penser que ces variations n'ont pas de conséquence sur le gradient de potentiel à l'interface sol-semence, et que leur effet sur la germination résulte d'une diminution importante de S_f . Au delà de -0.7 bar, des variations de potentiel de -0.1 bar n'ont pas d'effet sur la germination. Dans cette gamme de potentiels, il n'y a probablement pas de ménisques inter-agrégats, et le contact eau liquide-semence est équivalent au contact terre-semence.

Collis-Georges et Hector (1966) ont adopté une démarche plus analytique, et ont développé une méthode de calcul de la part de la surface des semences en contact avec de l'eau liquide. Ils assimilent le sol à un ensemble plus ou moins compact de billes non poreuses, et font un certain nombre de simplifications de la géométrie des systèmes, ce qui leur permet de calculer la taille des ménisques d'eau au niveau des différentes interfaces semence-billes-air. Ce modèle n'a pas été validé de façon rigoureuse par ses auteurs, mais la confrontation des résultats calculés avec des observations de ménisques réalisées à un potentiel proche de zéro montre que le modèle surestime la qualité du contact. On constate également que le modèle prévoit une réduction extrêmement importante de la taille des ménisques pour des variations restreintes de potentiel,

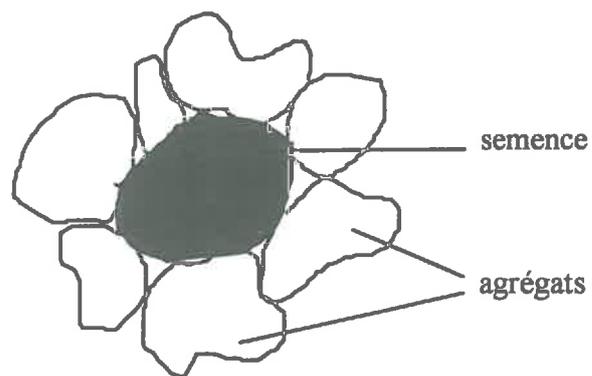


figure 1. 6 : Contact terre-graine.

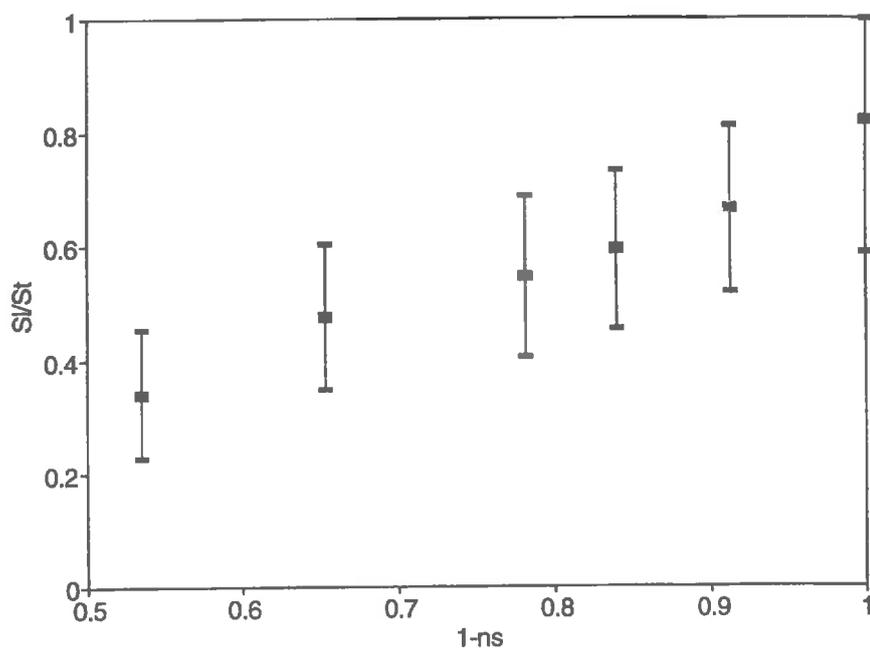


figure 1. 7 : Effet de l'état structural du sol sur la réalisation d'une surface d'imbibition liquide (SI). ns : porosité structurale. St : surface totale de la semence. Tiré de Bruckler (1979).

la part de la surface de la semence en contact avec les ménisques d'eau passant, dans la configuration la plus favorable, de 100 à 50 % suite à une baisse de potentiel de -20 à -30 cm. La sensibilité du modèle est donc supérieure à la sensibilité observée par Sedgley (1963), et paraît peu représentative du comportement de milieux poreux agrégés.

Ce modèle a néanmoins été souvent utilisé comme outil d'analyse de l'influence de la qualité du contact sol-semence sur la germination des semences (Collis-George et Hector, 1966 ; Hadas et Russo, 1974). Les conclusions de ces études, basées sur des estimations biaisées de la qualité du contact semence- milieu doivent donc être considérées avec précaution, au moins pour leur aspect quantitatif.

3.2. Influence de la conductivité hydrique du sol

Le potentiel hydrique au niveau de l'interface semence-milieu agit de deux manières sur l'imbibition. D'une part, il agit sur S_i , et d'autre part il détermine un flux d'eau d'imbibition proportionnel au gradient de potentiel semence-milieu. Si la conductivité hydrique du milieu ne permet pas de compenser les pertes d'eau liée à l'imbibition des semences par un flux d'eau provenant du sol, il y a diminution du potentiel hydrique du sol au contact de la semence, et donc diminutions de S_i et de la vitesse d'imbibition. L'effet de la conductivité hydrique du sol sur l'imbibition des semences est donc très lié à celui du potentiel. Ceci rend son étude délicate. Un premier type d'approche (Phillips, 1968; Hadas, 1970) consiste à vérifier par des calculs que la conductivité du sol n'est pas limitante vis-à-vis de l'imbibition. Phillips (1968) a calculé des coefficients de diffusion de semences imbibées dans différentes conditions expérimentales, et les a comparés à des conductivités hydriques de sols trouvées dans la littérature (Doering, 1965). Comme ces dernières sont supérieures aux coefficients de diffusion des semences, il en conclut que la conductivité hydrique du sol ne constitue pas un facteur limitant de l'imbibition. Le calcul des coefficients de diffusion des semences paraît peu rigoureux, et le raisonnement est trop rapide pour pouvoir accrédi- ter ses résultats. Le principe de la méthode reste néanmoins intéressant.

Shaykewich et Williams (1971) ont adopté une démarche expérimentale et ont montré que la conductivité hydrique du milieu a un effet non négligeable sur l'imbibition des semences. Hadas et Russo (1974) contestent cependant leurs conclusions qui ne tiennent pas compte des évolutions de potentiel au cours des cinétiques, ni des variations des surfaces de contact semences-milieu associées aux différentes conductivités étudiées. Ils proposent une méthode plus rigoureuse pour l'étude de l'effet de la conductivité hydrique du sol en maintenant constant le potentiel au cours de l'expérimentation, et en contrôlant précisément le contact semence-milieu. Ils montrent ainsi qu'à des potentiels proches de la saturation, l'effet de la conductivité hydrique du sol sur l'imbibition dépend des espèces et, sans doute également, de la qualité du contact semence-milieu (hypothèse cependant non vérifiable à partir du jeu de données publié).

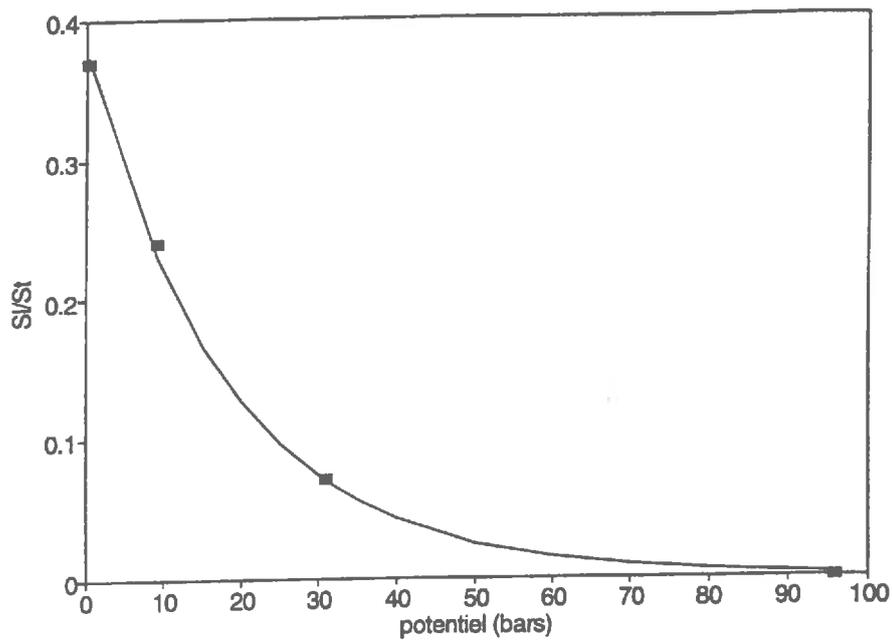


figure 1. 8.: Relation entre le rapport Sl/St et le potentiel extérieur de la semence. Sl : surface d'imbibition en phase liquide. St : surface totale de la semence. Tiré de Bruckler (1979).

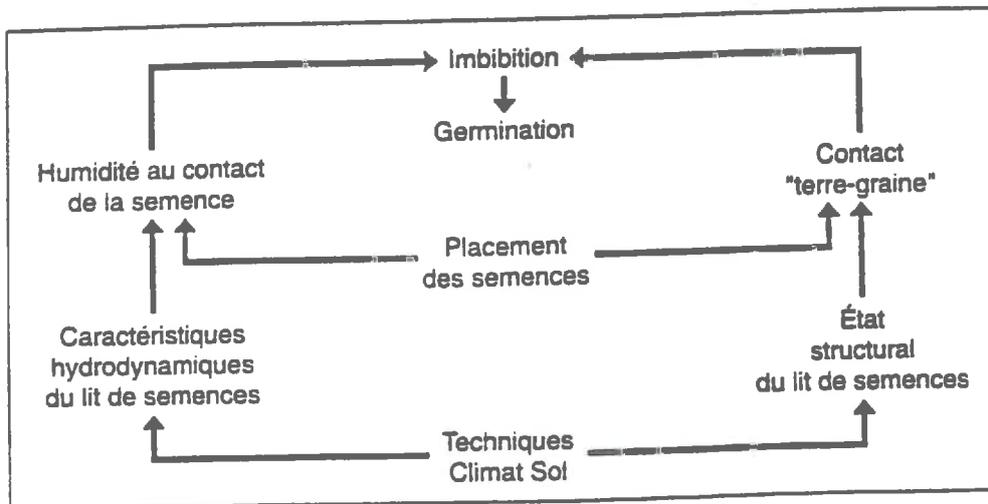


figure 1. 9. Rôles du milieu sur l'imbibition et la germination des semences en conditions sèches. Les techniques culturales, le climat et le sol interviennent simultanément pour déterminer l'humidité au contact des semences et le "contact terre-graine". Tiré de Bruckler et Bouaziz (1991).

Bruckler (1983) a montré que l'effet de la réduction de la conductivité hydrique du sol sur l'imbibition des semences est équivalent à l'effet d'une réduction de la surface d'imbibition en phase liquide. La figure 1.8. représente la relation entre le potentiel du sol (sol de Montluel) et le rapport de la surface équivalente d'imbibition sur la surface totale des semences, pour des massifs d'agrégats de 2 à 3 mm, et une densité proche de 1. Les variations de ce rapport expriment aussi bien des variations de surface réelle que l'effet simultané sur la cinétique d'imbibition d'un gradient de potentiel et d'une valeur de conductivité limitante au niveau de l'interface sol-semence.

L'imbibition et la germination des semences sont contrôlées par un ensemble de paramètres qui sont en interaction permanente, et que Bruckler (1983) a synthétisé par le schéma que nous avons reproduit sur la figure 1.9.

4. Influence de facteurs divers sur l'imbibition des semences

4.1. Température et viscosité de l'eau

De manière générale, toute diminution de la température s'accompagne d'une baisse de la vitesse d'imbibition des semences (Dewez, 1964 ; Keller et Bleak, 1970 ; Tully *et al.*, 1981 ; Vertucci et Leopold, 1983) (voir figure 1.10). Cet effet est lié, au moins partiellement, à l'augmentation de la viscosité de l'eau. (Vertucci et Leopold, 1983).

Pour un certain nombre d'espèces (coton, soja, pois, cacao entre autres) l'imbibition des semences à des températures trop basses entraîne des lésions cellulaires irréversibles, et peut diminuer le taux final de germination. L'augmentation de l'humidité initiale des semences permet de baisser leur sensibilité aux basses températures (Pollock, 1969, Obendorf et Hobbs, 1970). Ce phénomène semble être partiellement lié à une baisse de la vitesse d'imbibition initiale, (Vertucci et Leopold, 1983), ainsi qu'à une meilleure résistance des membranes déjà partiellement réhydratées (Wolk *et al.*, 1989). Malgré un grand nombre d'études (Obendorf et Hobbs, 1970 ; Tully *et al.*, 1981 ; Woodstock et Tao, 1981 ; Murphy et Noland, 1982 ; Vertucci et Leopold, 1983), cet effet est très mal compris.

4.2. Tension superficielle

Les différentes études qui ont été entreprises pour comprendre les liens qui existent entre les lésions cellulaires, les basses températures, la vitesse d'imbibition et l'humidité initiale des semences (Vertucci et Leopold, 1983, Wolk *et al.*, 1989) ont abouti à une meilleure

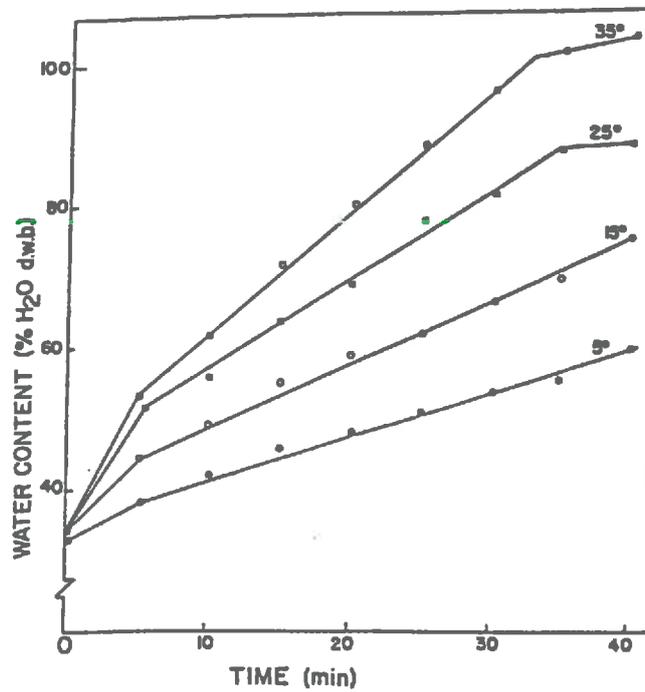


figure 1. 10. Cinétique d'imbibition d'embryons de soja, à différentes températures. Humidité initiale : 31%. Tiré de Vertucci et Leopold (1983).

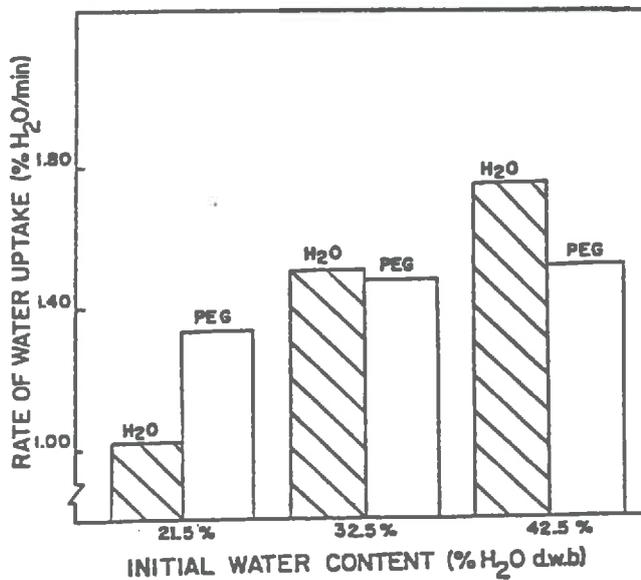


figure 1. 11. Effet du PEG sur la vitesse d'imbibition à 25°C pour trois humidités initiales différentes. Dans chaque cas, la solution d'imbibition contient 2% de PEG. Tiré de Vertucci et Leopold (1983).

connaissance des mécanismes par lesquels se font les transferts d'eau vers les semences. Vertucci et Leopold (1983) ont montré que les effets sur l'imbibition d'une solution de PEG 8000 à 2% sont fonction de l'humidité des semences (figure 1.11). Ils relient l'effet accélérateur observé en début d'imbibition à la faible tension de surface de la solution ; l'effet inhibiteur observé pour des humidités plus élevées est attribué à la viscosité de la solution. La diminution progressive de l'effet de la tension de surface suppose qu'au cours de sa progression le front d'humectation traverse des zones de plus en plus hydrophiles. Ce travail original aurait mérité quelques précisions en ce qui concerne la mouillabilité de la solution, qui n'a pas été mesurée à la surface des semences, mais sur un film de poly-éthylène. Des mesures des angles de contacts PEG-semence auraient permis aux auteurs de confirmer leurs interprétations des effets du PEG en effectuant des calculs d'ordres de grandeurs de flux.

4.3. Propriétés physico-chimiques des semences

4.3.1. Taille des semences

Des agronomes à la recherche de critères de sélection de variétés ayant de meilleures aptitudes à la conservation, ou à la résistance aux stress hydriques se sont intéressés à l'influence de la taille des semences sur leur cinétiques d'imbibition, et/ou de germination. Edwards et Hartwig (1971) ont montré que les semences de soja de petite taille s'imbibent plus rapidement que celles de tailles plus importantes. Muchena et Grogan (1977) ont observé le même phénomène pour des semences de maïs placées en condition d'alimentation hydrique limitante. L'effet du calibre sur le comportement des semences pendant la phase de germination a été relié à des différences dans les quantités d'eau à absorber selon la taille des semences (Muchena et Grogan, 1977), ou de façon plus précise au développement d'un rapport "surface / volume" plus important dans le cas des semences de petite taille (Waggoner et Parlange, 1976). Les travaux de Calero *et al.* (1981) mettent en évidence l'existence d'effets indirects de la taille des semences, qui agit sur la morphologie des téguments. Les petites semences sont souvent caractérisées par un tégument épais et de grands pores circulaires, alors que les semences de calibre moyen et gros présentent des téguments plus "étirés", donc moins épais, mais avec des pores allongés et partiellement bouchés. Ces dernières s'imbiberont donc moins rapidement que les petites semences en phase liquide.

L'ensemble des résultats présentés mettent en évidence la nécessité de calibrer les semences ou de connaître la distribution des tailles des semences au sein des lots, si l'on veut faire une analyse fine de l'effet d'un paramètre quelconque sur la vitesse d'imbibition des semences.

4.3.2. Composition chimique

La composition chimique des semences, et plus précisément de ses différentes sous-unités (téguments, réserves, embryon), a une influence sur le déroulement de la germination. En effet, elle détermine en grande partie leur propriétés d'absorption (relation $\psi(\omega)$) et notamment leur capacité maximum d'absorption. Ainsi, Mayer et Poljakoff-Mayber (1975) indiquent la contribution majeure du taux de protéines à la détermination des propriétés d'absorption d'eau des semences. Cependant, Sefa-Dedeh et Stanley (1979) qui ont étudié les cinétiques d'imbibition de huit variétés de pois, ont montré qu'il n'existait pas de corrélation significative entre l'humidité atteinte après 24 heures d'imbibition et le taux de protéines. Selon eux, la vitesse d'imbibition est successivement déterminée par l'épaisseur des téguments, et par la taille du hile, et l'influence des protéines sur la vitesse d'imbibition ne devient prépondérante qu'en fin de cinétique.

Les taux de protéines des embryons et des cotylédons de semences de soja étant équivalents, Mac Donald *et al.* (1988) relie leurs niveaux d'humidité à saturation aux teneurs en lipides et en glucides insolubles, ceux-ci pouvant absorber respectivement 2 et 10 fois leur poids sec en eau. Ils tentent par ailleurs de lier l'effet du vieillissement des semences sur les vitesses d'imbibition à des dégradations de molécules, mais n'expliquent pas les phénomènes observés de façon satisfaisante.

5. Imbibition de semences pelliculées

5.1. Influence de différentes pellicules sur l'imbibition

Nous avons vu que certaines pellicules sont formulées de façon à ralentir les transferts d'eau vers les semences. Ainsi, Hung et Sung (1991) préconisent un pelliculage contenant de l'éthylcellulose pour ralentir l'imbibition des semences de soja, et éviter de ce fait les lésions cellulaires consécutives à une absorption d'eau trop rapide. Ils montrent que l'effet des pellicules est d'autant plus marqué que la dose appliquée est importante.

Les pellicules testées par Klein et Sachs (1992) sont destinées à réguler l'imbibition dans les milieux arides. Malgré les objectifs annoncés, et mis à part un des traitements, ces pellicules accélèrent l'imbibition. Leur effet varie avec le nombre de couches appliquées, et diminue au cours de l'imbibition. Les auteurs relient ces observations à la nature hydrophile des pellicules, et à leur saturation progressive. L'effet négatif de la formulation à 5 couches est peu analysé ; les auteurs évoquent cependant la possibilité d'un lien entre l'évolution de la perméabilité de cette pellicule et le développement de fissures, qui faciliteraient les transferts d'eau.

Nous avons vu que selon Baxter et Waters (1983, 1986), l'effet des pellicules hydrophiles sur la germination est en grande partie lié à leur effet sur l'imbibition. Ils montrent en effet que l'influence des polymères est variable selon les espèces, ce qui peut s'expliquer par l'influence de la nature des tissus de réserves sur les relations entre pellicules et imbibition. Ainsi le pois, qui est particulièrement riche en protéines, absorbe des quantités excessives d'eau en présence d'eau libre (ou de polymères hydrophiles saturés). Cette eau s'accumule entre les cotylédons et place donc l'embryon rapidement en situation d'anaérobiose, inhibant son métabolisme tout en favorisant des invasions microbiennes. Pour le maïs, dont les réserves sont principalement constituées d'amidon, la présence du pelliculage hydrophile entraîne au contraire une augmentation bénéfique de la vitesse d'imbibition. Les auteurs relient cette augmentation à une fixation d'eau par les polymères, qui entraîne la création autour de la semence d'un micro-environnement humide et stable favorable à la germination. Constatant que les téguments des semences se fripent au cours de l'imbibition et que, dans les sols proches de la capacité au champ, la pellicule forme un gel souple qui assure un contact parfait avec la surface de la semence quel que soit son relief, ils évoquent d'autre part l'amélioration du contact semence-milieu pour expliquer l'effet bénéfique des pellicules sur l'imbibition et donc la germination. De même, Baxter et Waters (1983, 1986) font l'hypothèse que les variétés réagissent de manière d'autant plus sensible au pelliculage, qu'elles présentent des téguments plus lisses, car ceux-ci permettent un pelliculage de meilleure qualité (plus homogène et sans discontinuités). L'effet maximal est obtenu pour une dose intermédiaire entre des doses déclarées trop faibles pour être efficace, et une dose plus élevée qui pourrait entraîner des limitations de la diffusion de l'oxygène.

Parallèlement à ces travaux en conditions naturelles, Baxter et Waters (1986) ont étudié en laboratoire et de manière plus directe l'influence des polymères hydrophiles sur l'imbibition des semences de maïs. Ils ont montré que l'effet des pellicules, appliquées à la dose optimale de $4.6 \text{ g} \cdot \text{kg}^{-1}$, est étroitement lié au potentiel du milieu extérieur : il est positif à -0.01 MPa , reste positif mais moins marqué à -0.4 MPa , puis devient négatif pour -1.0 et -1.5 MPa . Selon les auteurs, l'évolution de l'effet de la pellicule avec la baisse du potentiel extérieur est associée à une compétition pour l'eau plus grande entre le sol, la pellicule et la semence, et à un état structural moins dégradé de la pellicule. A la lumière des résultats présentés dans le paragraphe B.3.1., on peut penser que les différents domaines de potentiels définis par les auteurs correspondent respectivement au domaine des surfaces de contact par ménisques, au domaine où le contact terre-semence est équivalent au contact eau liquide-semence, et enfin au domaine des surfaces de transfert équivalentes.

5.2. Estimation de la perméabilité aux transferts d'eau des pellicules

La caractérisation des pellicules vis-à-vis des transferts de vapeur d'eau en vue de prévoir le comportement de corps pelliculés au cours de leur conservation est beaucoup plus avancée dans l'industrie agroalimentaire, que dans le domaine agricole. En effet, parallèlement à la recherche d'emballages qui permettent d'augmenter la durée de survie des aliments en les isolant du milieu extérieur, de nombreux travaux ont porté sur le développement de pellicules alimentaires. Ces pellicules sont destinées à ralentir les transferts d'eau au sein de produits composites, entre deux éléments ayant des potentiels hydriques différents, pâte à pizza et sauce tomate, ou raisins secs au sein d'un mélange de céréales, entre autre (Kamper et Fennema, 1984 a, b, 1985, Hagenmaier et Shaw, 1990, Kester et Fennema, 1989, Greener et Fennema, 1989 a, b, Martin-Polo *et al.*, 1992 a, b, Debeaufort *et al.*, 1993). Les études précitées se sont développées dans le but d'établir et de comprendre les liens qui existent entre composition chimique, technologie d'application, structure et propriétés de transferts des pellicules. Elles sont basées sur une même méthodologie qui associe une évaluation des propriétés de transferts, à des observations de structure.

Les propriétés de transferts d'eau des pellicules sont déterminées indépendamment de tout support : la pellicule est placée entre deux milieux présentant un gradient déterminé de pression partielle de vapeur d'eau, et le protocole consiste à mesurer les cinétiques d'imbibition du milieu le plus sec.

Ces dispositifs sont dérivés d'une méthode normalisée (ASTM, 1973).

Après instauration d'un régime permanent, la masse de l'ensemble de la cellule contenant le milieu le plus sec (cellule de verre, solution et pellicule) augmente de manière linéaire avec le temps. La pente de la droite de régression ajustée sur les données expérimentales est interprétée à l'aide de la loi de Fick, et permet de calculer le coefficient de diffusion de la pellicule. Le coefficient de perméabilité ainsi calculé est fonction de l'humidité de la pellicule, mais cette relation n'est pas clairement affichée.

Cette méthode de caractérisation des pellicules permet de comparer aisément les propriétés de différentes formulations. Elle a permis de mettre en évidence l'influence de différents facteurs sur la perméabilité des pellicules :

- la composition chimique des pellicules (pourcentage d'acides gras, longueur des chaînes, degré de saturation) et l'état physique des lipides (liquides ou solides) ;
- état structural de la pellicule (dégradé ou non) ;
- la méthode d'application (émulsion ou application par couches successives) ;
- température et durée de conservation ;
- orientation du film par rapport aux milieux 1 et 2 ;

- position du gradient de pression partielle de vapeur d'eau dans la gamme des humidités relatives.

Ce dernier point montre l'influence de l'humidité de la pellicule sur sa perméabilité.

Pour ce qui est de l'état structural de la pellicule, il est intéressant de noter que la présence de discontinuités a une influence considérable sur les transferts de vapeur d'eau. La présence d'un trou dont la surface ne représente que 0.008% de la surface d'un échantillon de pellicule à base de méthylcellulose et d'acide stéarique, entraîne la multiplication de la perméabilité (apparente) par un facteur proche de 3 (figure 1.12., Kamper et Fennema, 1984). Cette sensibilité est également responsable de la perte d'efficacité d'une formulation quand celle-ci n'est pas préparée sur des plaques de verre à l'étude de technologies dérivées de la chromatographie, mais pulvérisée sur des surfaces rugueuses telles que des biscuits. Greener et Fennema (1989) ont montré que dans cette deuxième configuration, la perméabilité des films est 4 fois supérieure à la perméabilité des échantillons très homogènes.

Les différents facteurs énoncés précédemment ont également une influence déterminante sur la structure de la pellicule. Les principales observations sont réalisées au microscope électronique à balayage ; elles sont complétées dans certains cas par des analyses de diffraction de rayons X. La surface des pellicules est donc plus ou moins régulière, et le degré de cristallinité plus ou moins développé. Les conclusions des différents auteurs relient de manière qualitative et convergente l'état structural des pellicules à leurs propriétés de transfert.

Enfin, on trouve dans la bibliographie agro-alimentaire, des modèles de prédiction des évolutions d'humidité dans des systèmes à 2 ou 3 composants. Ainsi, Biquet et Labuza (1988) proposent un modèle appliqué aux transferts d'eau à travers une pellicule de chocolat dans les situations suivantes : la pellicule est appliquée sur un milieu gélifié relativement sec et placé dans une atmosphère humide, ou bien entre deux milieux gélifiés d'humidités très différentes. Les transferts sont monodirectionnels, et déterminés par le gradient de pression partielle de vapeur d'eau existant entre les faces de la pellicule de chocolat. L'équation générale de diffusion est dérivée de la loi de Fick, et un certain nombre d'approximations ont été faites pour permettre sa résolution analytique. Le coefficient de perméabilité est déterminé préalablement et indépendamment des expériences de transferts ; il est supposé constant. La confrontation des données simulées et des données expérimentales (figures 1.13.) montre que le modèle permet de prévoir la réalité de manière satisfaisante dans la première configuration. Dans le deuxième cas, la qualité de la prédiction est moins bonne pour le milieu le plus humide, mais l'évolution de l'humidité du milieu le plus sec, variable plus importante pour l'évaluation de la qualité du produit, est également bien prédite par le modèle. Les auteurs reconnaissent que malgré la bonne valeur prédictive du modèle dans ces situations, les hypothèses physiques ne doivent en aucun cas être supposées comme validées. En effet, certaines observations ne

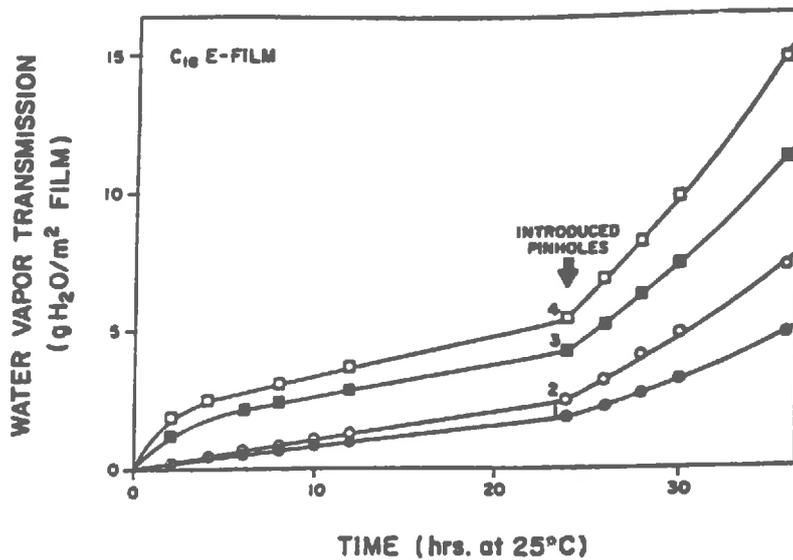


figure 1. 12. Effet de trous sur la perméabilité à la vapeur d'eau de films alimentaires, à 25°C, et à HR=85%. Chaque trou représente 0.008% de la surface de transfert. Composition des films : 1 trou, 0,85 mg d'acide stéarique/cm² de film ; 2 trous, 0,85 mg d'acide stéarique/cm² de film ; 3 trous, 0.60 mg d'acide stéarique/cm² de film ; 4 trous, 0.60 mg d'acide stéarique/cm² de film. Tiré de Kamper et Fennema (1984, b).

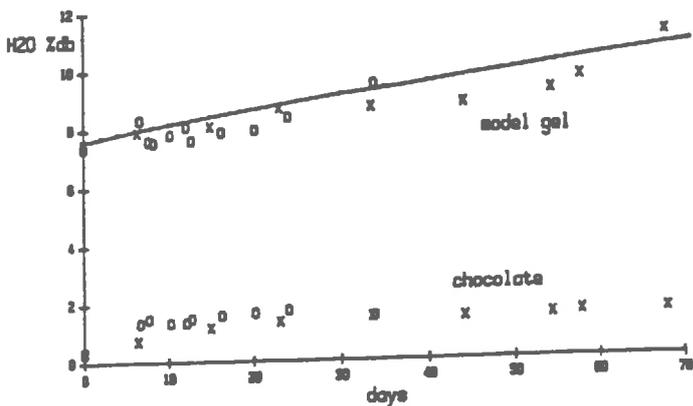


figure 1. 13. a. Comparaison des évolutions d'humidités simulées (lignes continues) et mesurées pour le milieu gellisé d'un système monocouche. Epaisseur du film de chocolat séparant le milieu gellisé du milieu extérieur: 0.604 mm. Température : 20°C. Les symboles x et o représentent 2 expériences indépendantes. Tiré de Biquet et Labuza. (1988).

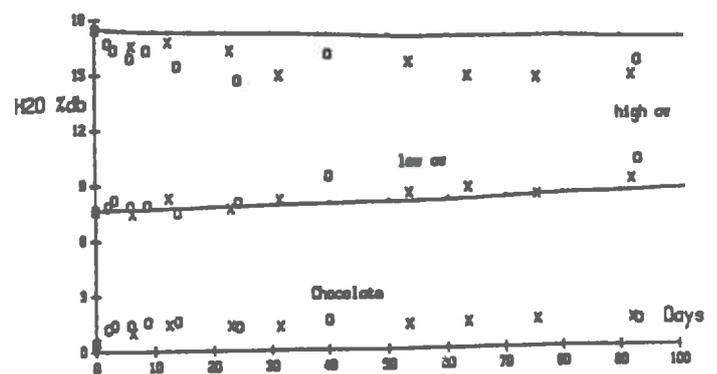


figure 1. 13. b. Comparaison des évolutions d'humidités simulées (lignes continues) et mesurées pour les milieux gellisés d'un système bicouche. Epaisseur du film de chocolat séparant les 2 milieux : 0.601 mm. Température : 20°C. Les symboles x et o représentent 2 expériences indépendantes. Tiré de Biquet et Labuza (1988).

peuvent être expliquées dans ce cadre d'hypothèses, et d'autres expériences ont montré que le coefficient de perméabilité n'est en réalité pas constant.

conclusion

Les différents travaux relatifs aux pellicules alimentaires ont mis en évidence l'influence prépondérante de la technologie d'application et de l'état structural des pellicules sur leur perméabilité à la vapeur d'eau. D'un point de vue plus appliqué, les méthodes de caractérisation des perméabilités présentées ne permettent pas de prévoir l'effet des pellicules sur la conservation des aliments, car la perméabilité d'une pellicule pulvérisée sur un aliment est très différente de celle de la même pellicule préparée sur des plaques de verre.

Ce résultat met en évidence la nécessité de développer une méthodologie différente de celle précédemment présentée pour étudier l'influence du pelliculage sur l'imbibition des semences.

C. Respiration et germination des semences

1. Semences non-traitées

1.1. Généralités

La reprise de la respiration est indispensable au bon déroulement de la germination, car elle alimente en énergie les différents processus physiologiques qui entraînent l'émergence de la racine. En absence de facteurs limitants liés à l'imbibition des semences, les cinétiques de germination dépendent donc principalement de paramètres qui agissent sur l'intensité respiratoire. Dans de nombreuses études, ces paramètres ont été identifiés de manière indirecte à travers l'analyse, à une date donnée, des longueurs de racines de semences ayant germé dans différentes conditions expérimentales. Dans des travaux plus récents (Al Ani *et al.*, 1985), les mesures de l'intensité respiratoire ont permis une analyse plus directe et plus fine de l'effet de différents paramètres sur la respiration et la germination des semences.

1.2. Relation entre respiration et germination

Pour l'imbibition, nous avons vu qu'il existe une humidité critique en deçà de laquelle la germination est impossible (Bruckler, 1983). Pour la respiration, il existe peu de travaux montrant des relations précises entre une quantité d'oxygène consommée et le déclenchement de la germination.

Tissaou (1970) a montré qu'il existe pour les embryons de pommiers une relation entre la quantité totale d' O_2 consommée et le déclenchement de la germination. Richard et Guérif (1988) n'ont pas trouvé de relation similaire sur les semences complètes de betteraves, probablement en raison de la consommation d'oxygène importante du péricarpe (oxydation de phénols). De façon plus générale, l'existence d'une telle relation peut être compromise par des oxydations se produisant au niveau des enveloppes externes de la semence, par la production d'énergie par des voies métaboliques différentes de la respiration dite classique (métabolisme fermentaire surtout), et par le maintien d'une activité respiratoire dans des conditions ne permettant pas la germination (Al Ani *et al.*, 1985 ; Simon, 1984).

Al Ani *et al.* (1985) ont défini deux groupes de semences, qui se distinguent par une sensibilité de la germination à la concentration en O_2 :

- groupe I : la germination est inhibée en dessous de 1 à 3 % d' O_2 . C'est le cas de semences à réserves lipidiques (semences de dicotylédones comme le tournesol, la laitue, le radis)
- groupe II : la germination est inhibée pour des concentrations en O_2 très faibles, inférieures à 0.1 %. C'est le cas de semences à réserves amylacées (pois et semences de monocotylédones comme le maïs).

Ces deux groupes de semences ne se distinguent pas par la sensibilité de la respiration à la pression partielle d' O_2 dans le milieu, mais par l'activité de voies fermentaires en situations d'hypoxie. Les semences du groupe I n'ont pas de processus fermentaires actifs, alors que les semences du groupe II en ont.

1.3. Influence de la composition gazeuse du milieu

De manière générale, l'intensité respiratoire baisse avec la réduction de la pression partielle en oxygène, mais la sensibilité des semences des groupes I et II à ce paramètre varie selon les espèces (figure 1.14., Al Ani *et al.*, 1985).

L'influence du dioxyde de carbone sur la respiration et la germination des semences est plus variable que l'effet de l' O_2 (activation, inhibition ou absence d'effet), et dépend des espèces. Pour le maïs, Unger et Danielson (1965) ont montré que la longueur de la racine à une date donnée est fonction de la concentration en CO_2 . L'effet du CO_2 est positif dans une gamme allant de 0 à 10 cm de Hg. Il est maximal à 2 cm Hg. Ces résultats ne sont pas confirmés par Grable et Danielson (1965) qui ont observé des diminutions monotones de la longueur de la racine de 85 à 0 mm, suite à des augmentations de la concentration de CO_2 de 0 à 60%. Ceux-ci précisent cependant, à partir de leurs propres expériences et de données de la bibliographie, que l'effet du CO_2 varie avec la durée de l'exposition des semences et la date à laquelle les racines sont mesurées ; selon le protocole, il peut donc être nul, positif ou

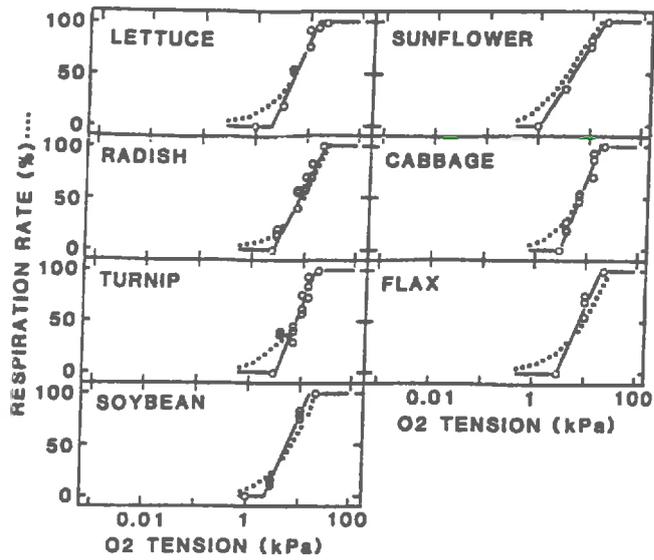


figure 1. 14 a : Semences à réserves lipidiques ; groupe I.

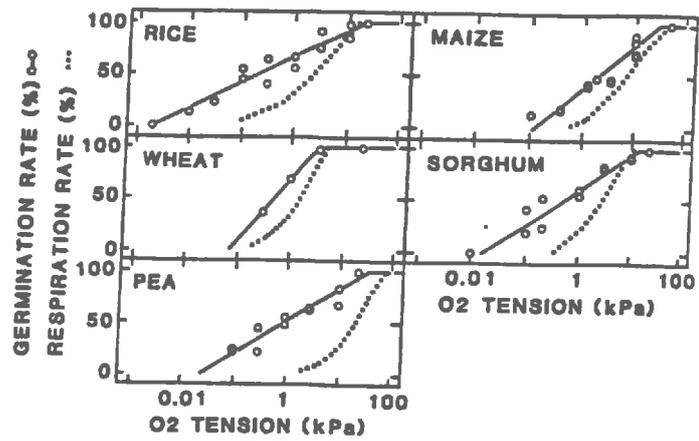


figure 1. 14b : Semences à réserves amylacées ; groupe II.

figure 1. 14. Effet de la pression partielle d'oxygène (pO_2) sur la germination et la respiration. Les vitesses sont exprimées en pourcentage des vitesses maximales.

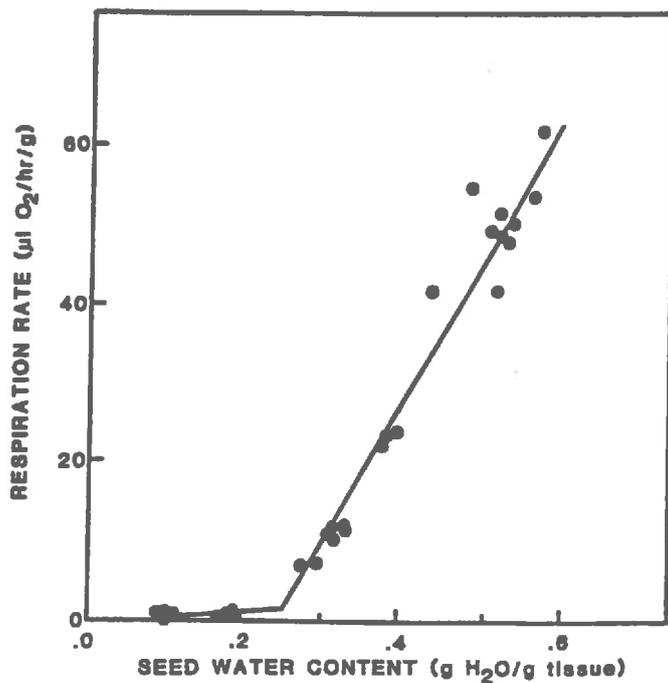


figure 1. 15. Consommation d' O_2 de semences de soja entières en fonction de leur teneur en eau. Tiré de Vertucci et Leopold (1984).

négatif. En outre, ces expériences ne permettent pas de discerner les effets du CO_2 sur la germination au sens strict, de ses effets sur la croissance de la radicule.

En liaison avec ces résultats, certains auteurs se sont intéressés au métabolisme respiratoire et ont montré qu'il évolue au cours de la germination (Yentur et Leopold, 1976) ; pour le soja, la voie classique du Cytochrome c ne devient prépondérante qu'à partir de la 8ème heure de germination ; en début d'imbibition la semence respire principalement par une voie dite alternative. Cette évolution peut expliquer que la sensibilité de la respiration à certains facteurs extérieurs varie au cours de la germination.

1.4. Influence des transferts de gaz dans le milieu

Parallèlement aux travaux sur la composition gazeuse du milieu, quelques études ont porté sur les transferts de gaz proprement dits. Grable et Danielson (1965) ont montré grâce à des électrodes à oxygène que les retards à la germination de semences de maïs dans des sols saturés, pouvaient être liés à une diffusion limitée de l'oxygène. Comme la diffusion des gaz dans l'eau est "des milliers de fois" plus lente que dans l'air, ils concluent que la présence d'un film continu d'eau autour ou à l'intérieur de la semence réduit l'intensité respiratoire des embryons. On rappelle que la diffusion d'un gaz dans l'eau dépend de sa solubilité (qui vaut environ 3% et est fonction de la température), et que :

$$\frac{D_{H_2O}}{D_{air}} \cong 10^{-4}$$

avec D_{H_2O} et D_{air} coefficients de diffusion respectivement dans l'eau et dans l'air [$m^2 \cdot s^{-1}$].

D'autres études (Côme, 1962) ont confirmé que les embryons de pommiers en cours de germination utilisent l'oxygène qui leur parvient à l'état dissous dans l'eau d'imbibition. Quand les embryons sont recouverts par de l'eau surmontée par de l'air, il suffit d'une couche d'eau de un ou deux millimètres pour empêcher la germination. Cependant, le remplacement de l'air par de l'oxygène pur permet une bonne germination sous une couche d'eau très importante (Thévenot et Côme, 1973, cité par Mazliak). De même, en présence d'air, l'agitation de l'eau de manière à renouveler l'oxygène dissous au niveau des embryons améliore considérablement la germination.

Pour en revenir au sol, Richard et Guérif (1988) se sont appuyés sur une modélisation des transferts gazeux dans un profil de sol cultivé, pour déterminer les caractéristiques du sol risquant de limiter l'alimentation en oxygène de la semence de betterave sucrière et donc de

perturber la germination. Ils ont ainsi montré qu'en dehors des cas où le lit de semences est quasiment saturé, la concentration en oxygène des premiers centimètres du sol ne devient critique qu'après la formation d'une croûte de battance, et dans la plupart des situations, pour de fortes activités microbiennes.

1.5. Influence de la température sur la respiration

La température agit sur la respiration en déterminant la vitesse des réactions biochimiques, et la solubilité de l'oxygène dans l'eau. Ainsi, une élévation de température entraîne une augmentation de l'intensité des activités métaboliques, et donc un besoin accru de l'embryon en oxygène. Cependant, quand la température s'élève, la solubilité de l'oxygène diminue, et les apports d'oxygène à l'embryon peuvent donc être ralentis. L'effet global de la température sur la respiration est donc la somme de deux actions contraires, dont l'influence respective dépend en partie des conditions d'aération de la semence, et de son stade de développement.

1.6. Respiration et humidité des semences

La respiration de semences de soja a été reliée à leur teneur en eau, après équilibration des humidités au dessus de solutions saturées (Vertucci et Leopold, 1984). Les auteurs ont montré que la consommation d'oxygène augmente très rapidement avec l'augmentation de l'humidité des semences à partir de 24 % de teneur en eau (figure 1.15). En dessous de 24 %, il y a consommation d'oxygène, mais à des taux très faibles. Le seuil minimal de teneur en eau pour qu'il y ait respiration n'est pas déterminé avec une grande précision, mais semble se situer aux environs de 8 %. Vertucci et Leopold (1983) ont également montré que les humidités de 8 et 24 % correspondent aux limites des différents états thermodynamiques de l'eau des semences (eau très liée, peu liée, libre). Ces résultats ont trouvé des applications dans la détermination des conditions optimales de stockage des semences, mais ils ne permettent pas de faire des prévisions du comportement des semences au cours de la germination. En effet, il est probable que l'intensité respiratoire d'une semence à un taux d'humidité donné, soit fonction de la vitesse d'imbibition des semences.

Wolk *et al.* (1989) ont montré qu'il existe pour le soja une humidité initiale critique, en dessous de laquelle toute diminution de l'humidité initiale entraîne du baisse proportionnelle du taux de germination à 7 jours (figure 1.16). Ils font l'hypothèse que l'influence de l'humidité initiale des semences sur le déroulement de la germination est liée à une imbibition plus rapide et à une activité respiratoire des semences plus intense.

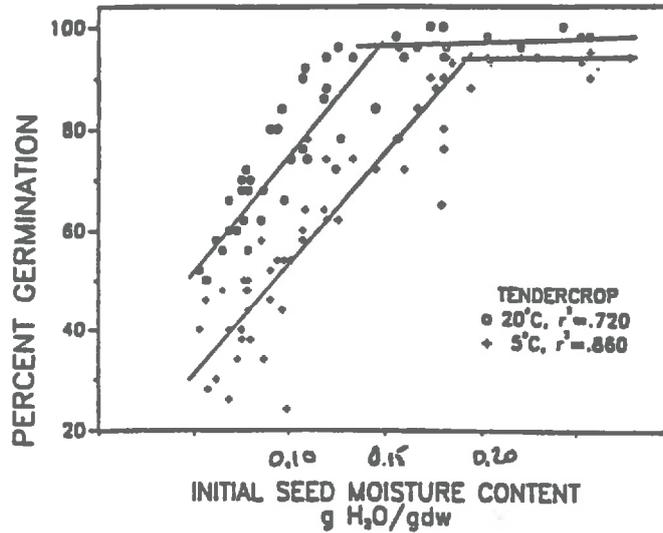


figure 1. 16. Effet de l'humidité initiale des semences sur la germination de *P. vulgaris*. Températures de germination: 20°C en continu, ou 5°C pendant 24h, puis 20°C. Tiré de Wolk et al. (1989).

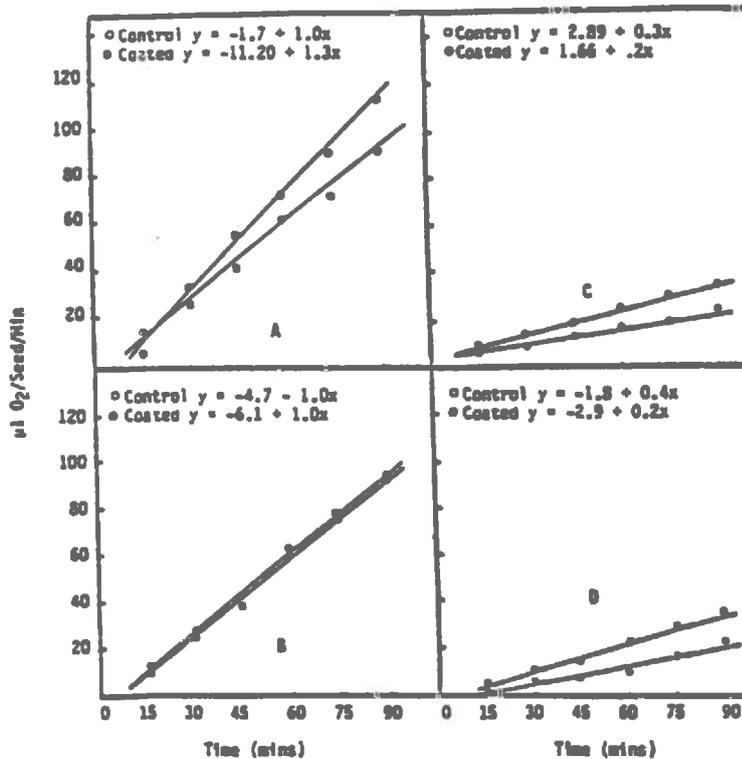


figure 1. 17. Effet d'une pellicule H-SPAN sur la respiration de maïs doux à 4 potentiels matriciels. (A)=-0.01, (B)=-0.4, (C)=-1.0, et (D)=-1.5 MPa. Les pentes des droites relatives aux semences pelliculées et aux témoins sont significativement différentes ($P < 0.05$) aux potentiels -0.01, -1.0, -1.5 MPa. Tiré de Baxter et Waters (1986).

Phillips et Youngman (1971) ont étudié le comportement au champ (cinétiques d'émergence et rendement final) de semences de sorgho dont les humidités initiales variaient de 8 à 14 %. Ayant parallèlement déterminé en laboratoire les cinétiques d'imbibition et de respiration des semences pour les mêmes conditions initiales, ils ont conclu que l'effet positif de l'augmentation de l'humidité initiale est principalement lié à l'activation de la respiration. Nous considérons cependant ces résultats avec circonspection, car l'argumentation s'appuie sur un jeu de données publié incomplet et sur des extrapolations peu justifiées entre les données de terrain et les données obtenues en conditions contrôlées. Il n'en demeure pas moins certain que l'augmentation de l'humidité initiale des semences dans une certaine gamme accélère la germination, et diminue donc les risques phytosanitaires et météorologiques liés à un séjour prolongé des semences sous terre.

Conclusion : En absence de facteurs limitants liés à l'imbibition, la respiration et la germination des semences dépendent principalement de la composition de l'atmosphère à leur voisinage immédiat, de la température extérieure et de leur teneur en eau. L'influence respective de ces différents paramètres a été montrée soit sur l'intensité respiratoire, soit de manière indirecte sur la longueur de la racine à une date donnée, mais peu d'auteurs ont proposé des relations précises entre germination et respiration.

2. Semences pelliculées

Baxter et Waters (1986) ont étudié l'activité respiratoire des semences dont ils ont précédemment retiré la pellicule et mesuré la teneur en eau. Ils montrent que la réduction du potentiel matriciel du milieu extérieur entraîne une diminution de l'intensité respiratoire des semences nues et pelliculées, et que, comme pour l'imbibition, l'effet des pellicules sur la respiration est fonction du potentiel. (figure 1.17.)

Les niveaux de respiration les plus faibles semblent donc être la conséquence de niveaux d'hydratation moins élevés. Ils peuvent également résulter d'une limitation de la diffusion d'oxygène à travers la pellicule au cours de l'imbibition. Ce deuxième effet est moins marqué lorsque la pellicule est fissurée, ce qui correspond paradoxalement à son état le plus saturé (effet positif de la pellicule sur la respiration à -0.01 MPa).

L'analyse de Klein et Sachs (1992) porte sur les gaz respiratoires produits par des semences de blé pelliculées (dioxyde de carbone et éthanol). Ils mesurent les cinétiques d'imbibition des

semences pelliculées ainsi que leurs taux de production de CO_2 et d'éthanol. D'après les auteurs, l'absence de corrélation entre la teneur en eau des semences et les taux de production de CO_2 et d'éthanol laisse supposer, qu'au moins dans certains cas, les pellicules limitent les transferts de gaz. En effet, comme les semences ne sont pas dé-pelliculées, si le CO_2 et l'éthanol ne diffusent pas facilement à travers les pellicules, leur taux de production (ou d'apparition) dans l'atmosphère ne reflètent qu'une fraction du CO_2 et de l'éthanol produits par l'activité respiratoire des semences.

L'influence des enrobages sur les transferts de gaz respiratoires a été étudiée de manière indirecte par Sachs *et al.* (1981). Ils montrent en effet que les retards à la germination observés pour des semences de poivre enrobées et placées dans des conditions atmosphériques standard, peuvent être considérablement diminués, lorsque l'air est remplacé par une atmosphère enrichie en oxygène. La vitesse de germination étant également fonction des conditions d'alimentation hydrique (papier filtre ou agar-agar), Sachs *et al.* (1981) concluent que la structure d'un enrobage ne retardant pas la germination des semences doit permettre de préserver au cours de l'imbibition un certain équilibre entre les volumes d'air et d'eau (porosité libre à l'air et à l'eau).

D. Modèles d'imbibition et de germination

Parallèlement à l'approche expérimentale, un certain nombre de modèles d'imbibition ou de germination ont été développés. La modélisation des transferts d'eau ou du comportement global des semences au cours de la germination s'appuie sur des hypothèses simplificatrices des systèmes étudiés et peut prendre des formes très différentes selon les auteurs et leurs objectifs. Ces objectifs sont plus ou moins ambitieux. Dans certains cas, les auteurs cherchent à développer un outil fonctionnel et simple pour prévoir le comportement des semences au champ, (Blacklow, 1972 ; Lindstrom *et al.*, 1976 ; Hagenseth et Cody, 1993), ou, dans l'industrie agro-alimentaire, pour optimiser des paramètres physiques de traitement (Sopade, 1992). D'autres modèles sont développés pour permettre une meilleure compréhension des mécanismes qui régulent les vitesses d'imbibition ou de séchage (Becker, 1959, 1960 ; Phillips, 1968 ; Shaykewich et Williams, 1971 ; Waggoner et Parlange, 1975). On distingue les modèles empiriques, qui décrivent les relations entre les variables (humidité et durée d'imbibition ou température et vitesse d'imbibition par exemple) sans donner d'explications, et les modèles dits "de diffusion", qui sont basés sur des lois physiques. Nous analyserons les différentes modélisations proposées.

1. Modèles d'imbibition

1.1. Les modèles mécanistes

1.1.1. Généralités sur les modèles d'imbibition

L'étude des transferts d'eau entre la semence et le milieu extérieur a fait l'objet de nombreux modèles basés sur des lois physiques, dérivées des lois de Darcy et de Fick (Becker, 1959, 1960 ; Phillips, 1968 ; Shaykewich et Williams, 1971 ; Zhang *et al.*, 1984 ; Hendrickx *et al.*, 1986). Ces lois, qui régissent les transferts d'eau respectivement en phase liquide et gazeuse, sont formulées dans le cadre des hypothèses suivantes :

- l'écoulement est isotherme ;
- l'air est en tout point à la pression atmosphérique.

Dans les études d'imbibition ou de séchage de semences, la loi communément utilisée est la loi de Fick généralisée. Les transferts d'eau peuvent se faire en phase gazeuse, comme en phase liquide. L'application du principe de la conservation de la masse permet d'associer l'évolution de l'humidité en tout point de la semence au flux d'eau entrant ou sortant au niveau de l'interface semence-milieu. Le flux à l'interface semence-milieu est déterminé en se plaçant d'emblée "à l'intérieur de la semence", en posant des conditions initiales et aux limites bien définies.

1.1.2. Modèles à résistance distribuée

Dans les modèles de diffusion développés pour étudier les transferts d'eau entre les semences et leur milieu d'implantation, l'équation générale de diffusion est écrite sous les formes suivantes :

- en coordonnées sphériques (Phillips, 1968, Shaykewich et Williams, 1971) :

$$\frac{\partial \theta}{\partial t} = \frac{D}{r} \cdot \frac{\partial^2 (r\theta)}{\partial r^2} = \frac{1}{r^2} \cdot \frac{\partial}{\partial r} \left(r^2 D \frac{\partial \theta}{\partial r} \right)$$

- en deux dimensions (Zhang *et al.*, 1984) :

$$\frac{\partial C}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x} \left(\alpha_x \cdot \frac{\partial C}{\partial x} \right) + \frac{\partial}{\partial y} \left(\alpha_y \cdot \frac{\partial C}{\partial y} \right)$$

- en trois dimensions (Hendrickx *et al.* 1986) :

$$\frac{\partial C}{\partial t} = D \cdot \left(\frac{\partial^2 C}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 C}{\partial y^2} + \frac{\partial^2 C}{\partial z^2} \right)$$

La formulation de l'équation générale de diffusion est liée à différentes hypothèses simplificatrices relatives à la géométrie des systèmes étudiés, et à la nature constante ou variable du coefficient de diffusion. La validité des différents modèles dépend donc en partie de

la pertinence de ces hypothèses, qui sont en général uniquement déterminées par le choix d'une méthode de résolutions de l'équation générale.

Les auteurs des modèles les plus anciens (Becker, 1959, 1960, Phillips, 1968, Shaykewich et Williams, 1971) proposent des solutions analytiques de l'équation de diffusion. La mise en oeuvre de ces solution suppose que le coefficient de diffusion soit indépendant de l'humidité.

Becker (1959) a étudié la diffusion de vapeur d'eau dans des solides de forme quelconque, et a appliqué ses résultats au séchage de grains de blé. Il propose deux solutions analytiques à l'équation de diffusion, valables dans deux plages de temps complémentaires allant du début à la fin du processus de séchage. L'évolution de l'humidité des semences au cours du temps est exprimée en fonction du rapport "surface / volume" spécifique des semences étudiées, ainsi que du coefficient de diffusion et de trois constantes qui dépendent de leur forme ; ces quatre derniers paramètres sont calés sur les données expérimentales.

Phillips (1968) et Shaykewich et Williams (1971) ont proposé des méthodes de résolution de l'équation générale de diffusion basées sur l'utilisation des solutions analytiques de Crank (1956). Ces solutions sont définies dans un cadre précis de conditions, dont un certain nombre ne sont pas vérifiées lors de l'imbibition des semences :

- coefficient de diffusion indépendant de l'humidité ;
- absence de gonflement ;
- concentration de l'eau à l'interface semence- milieu constante.

Les coefficients de diffusion ainsi calés n'ont donc pas de véritable sens physique. L'étude de leurs variations au cours de l'imbibition reste néanmoins intéressante.

Ainsi le modèle de Becker (1959) développé pour l'étude du séchage de grains de blé a été utilisé pour décrire l'imbibition de ces mêmes semences en phase liquide (Becker, 1960). L'auteur montre que l'imbibition relève d'une absorption initiale très rapide liée à la porosité importante des téguments des grains de blé, puis de transferts d'eau plus lents. La sensibilité à la température de ces transferts plus lents est égale à celle des transferts d'eau ayant lieu en phase gazeuse lors du séchage des semences. Il en conclut que les mécanismes qui gouvernent ces deux types de transferts sont les mêmes.

Pour Shaykewich et Williams (1971), l'augmentation du coefficient D au cours de l'imbibition de semences de colza est probablement liée à l'augmentation du nombre de pores conducteurs (comme dans le sol), et à l'hétérogénéité de la semence, dont les différents constituants ne présentent pas les mêmes propriétés vis-à-vis de l'imbibition. Ainsi les enveloppes auraient une résistance initiale plus importante aux transferts d'eau que l'intérieur de la semence, et la brusque augmentation de D vers 40 % d'humidité pourrait représenter le moment où les

enveloppes sont totalement hydratées, ou rompues, et ne limitent plus de ce fait les entrées d'eau.

L'apparition de méthodes de résolution numérique d'équations de diffusion complexes est liée au développement de l'informatique et à l'augmentation des possibilités de calculs. Ainsi, plusieurs "modèles numériques" ont été proposés pour l'analyse de la diffusion de l'eau vers et dans des grains de riz au cours des traitements de pré-cuisson. Dans le modèle de Zhang *et al.* (1984), l'équation de diffusion est résolue par la méthode des éléments finis. L'estimation des paramètres se fait grâce à un algorithme de minimisation de la somme des carrés des écarts entre les données observées et les données simulées. L'utilisation de cette méthode permet aux auteurs de tenir compte du gonflement de la semence, ainsi que de l'évolution du coefficient de diffusion avec l'humidité. Les cinétiques simulées par le modèle après ajustement du coefficient de diffusion se superposent sans biais sur les données expérimentales (figure 1.18.).

Hendrickx *et al.* (1986, 1988) emploient également la méthode des éléments finis pour calculer les coefficients de diffusion du riz blanc et de ses téguments. Cependant, contrairement aux cas précédents, l'équation de diffusion n'est pas dérivée de la loi de Fick généralisée ; elle est établie par analogie avec les lois qui définissent la circulation des électrons dans un circuit électrique. Les auteurs proposent une relation entre le coefficient de diffusion de Fick et les caractéristiques de leur réseau (résistance, capacitance, inductance). Malgré un bon ajustement des données simulées sur les données expérimentales, ce modèle reste d'un intérêt limité car il est fondé sur l'hypothèse que le coefficient de diffusion est indépendant de l'humidité.

Bien que reposant sur des hypothèses très simplificatrices des mécanismes de transferts, les modèles de diffusion interne permettent une détermination des propriétés hydriques du matériel végétal ainsi qu'une formalisation mathématique de l'imbibition satisfaisantes. Ces modèles trouvent des applications principalement dans le domaine agro-alimentaire ; ils sont peu adaptés à l'étude des transferts d'eau au champ, car ils ne peuvent pas prendre en compte le caractère complexe et variable dans le temps de l'interface semence-milieu.

1.1.3. Modèle à résistance périphérique

Le modèle de Bruckler (1983) a été conçu pour l'analyse des systèmes "terre-graine". Il est basé sur l'utilisation des lois classiques de la diffusion, et se distingue des modèles décrits précédemment par une représentation simplifiée de la semence, et plus particulièrement de son fonctionnement hydrique. En effet, la semence est assimilée à une sphère dont toute la

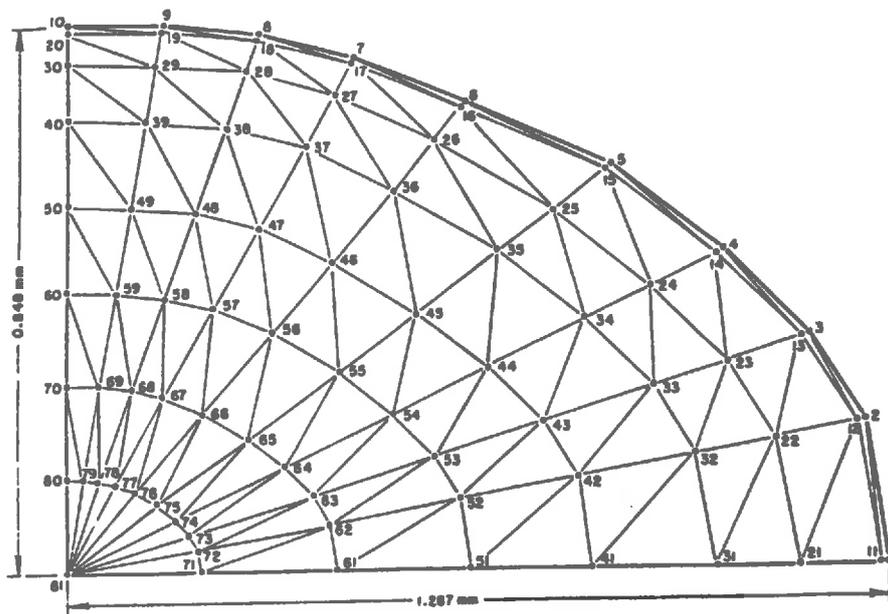


figure 1. 18. a. Discrétisation spatiale du grain de riz. Tiré de Zhang et al. (1984).

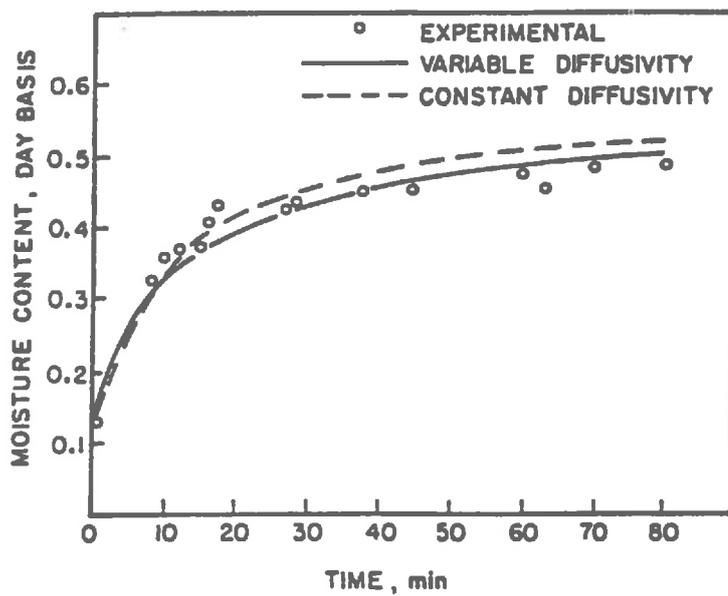


figure 1. 18 b. Cinétiques d'imbibition expérimentales et simulées, à 60 °C. D'après Zhang et al. (1984).

résistance aux transferts d'eau est localisée à sa périphérie, au niveau d'une couche poreuse fictive (C.P.F.) d'épaisseur Δx arbitraire (figure 1.19.).

Pour les transferts en phase liquide, l'analyse de Bruckler (1983) est la suivante :

- la face externe de la couche poreuse est en contact avec le milieu extérieur ; elle est donc caractérisée à chaque instant par la valeur du potentiel Ψ_e existant au niveau du contact semence-milieu ;
- la face interne de la couche poreuse est en contact avec l'intérieur de la semence ; elle peut être définie par le potentiel moyen de la semence Ψ_s ;
- les transferts d'eau au sein de la couche poreuse fictive se font sous l'effet du gradient de potentiel $\frac{\Delta\Psi}{\Delta x} = \frac{\Psi_e - \Psi_s}{\Delta x}$, et peuvent être décrits par la loi de Darcy généralisée.

Pour des intervalles de temps Δt suffisamment courts, on a donc :

$$q_x = \frac{\Delta V_x}{S \cdot \Delta t} = -K(\omega_s) \cdot \frac{\Delta\Psi}{\Delta x}$$

avec : ω_s : humidité moyenne pondérale de la semence $[kg \cdot kg^{-1}]$;

V : volume d'eau contenu dans la semence $[m^3]$;

$K(\omega_s)$: conductivité de la couche poreuse fictive $[m^2 s^{-1} Pa^{-1}]$.

En posant $\frac{K(\omega_s)}{\Delta x} = K'(\omega_s) [m \cdot s^{-1} Pa^{-1}]$, de façon à ce que l'équation des transferts ne fasse intervenir qu'un seul terme inconnu relatif à la semence, l'évolution de l'humidité moyenne de la semence entre t et $t + \Delta t$ peut s'écrire :

$$\left(\frac{\Delta\omega_s}{\Delta t} \right)_t = -\alpha_l \cdot K'(\omega_s) \cdot S_l \cdot (\psi_s - \psi_e)$$

avec : $\alpha_l = \frac{\rho_{H_2O}}{ps_{sem}}$

et

ρ_{eau} : masse volumique de l'eau $[kg \cdot m^{-3}]$;

ps_{sem} : poids sec de la semence $[kg]$;

S_l : surface des transferts en phase liquide $[m^2]$.

De même, lorsque l'imbibition est réalisée en phase gazeuse, l'application de la loi de Fick généralisée à la couche poreuse fictive permet d'exprimer les variations d'humidité de la semence de la façon suivante :

$$\left(\frac{\Delta\omega_s}{\Delta t}\right)_t = -\alpha_v \cdot D'(\omega_s) \cdot S_v \cdot (p_s - p_e)$$

avec : $\alpha_v = \frac{M_{H_2O}}{p_{s_{sem}} \cdot R \cdot T}$

$$D'(\omega_s) = \frac{D(\omega_s)}{\Delta x}$$

et

$D(\omega_s)$: coefficient de diffusion [$m \cdot s^{-1}$];

p_s : pression partielle de vapeur d'eau de la semence [Pa];

p_e : pression partielle de vapeur d'eau du milieu extérieur [Pa];

S_v : surface des transferts en phase gazeuse [m^2];

M_{H_2O} : masse molaire de l'eau [$kg \cdot mol^{-1}$];

R : constante des gaz parfaits [$Pa \cdot m^3 \cdot mol^{-1} \cdot K^{-1}$];

T : température absolue [K].

L'expression d'une cinétique (moyenne) d'imbibition, $\omega_s = f(t)$ nécessite un calcul par différences finies (calcul de $\frac{\Delta\omega_s}{\Delta t}$ pour un pas de temps Δt et sommation des $\frac{\Delta\omega_s}{\Delta t}$ pour calculer ω_s).

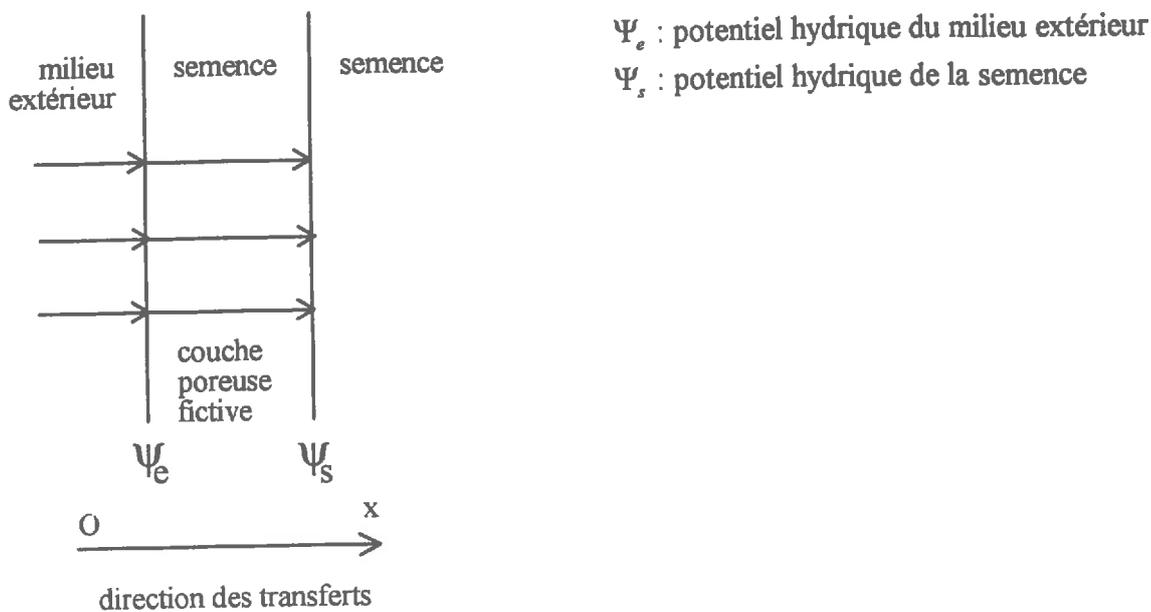


figure 1. 19. : Présentation du modèle de BRUCKLER (1983)
module relatif à l'imbibition en phase liquide

Par sa construction, le modèle CPF permet d'analyser des imbibitions en phase gazeuse, comme en phase liquide, et de caler de manière indépendante les coefficients $D'(\omega_s)$ et $K'(\omega_s)$ relatifs aux propriétés d'absorption des semences dans chacune des phases. Le modèle CPF permet également de bien décrire et prédire les cinétiques d'imbibition des semences dans les situations plus complexes, où les transferts d'eau se font simultanément dans les deux phases. En effet, il peut rendre compte des effets sur l'imbibition de la qualité du contact terre-graine et des caractéristiques hydrodynamiques du milieu (potentiel et conductivité hydriques), par l'intermédiaire d'une réduction de la surface d'imbibition en phase liquide.

De façon plus générale, le modèle CPF permet de mieux prévoir la sensibilité des réponses des semences aux variations des conditions du milieu. Nous verrons dans quelles mesures ce modèle peut également être utilisé comme outil d'analyse et de prédiction du comportement de corps pelliculés.

1.2. Les modèles empiriques

Les modèles d'imbibition empiriques d'Owen (1951) et de Blacklow (1972) sont basés sur l'analyse de cinétiques d'imbibition, et sur la recherche de fonctions mathématiques simples permettant de les décrire. Pour les deux espèces étudiées (respectivement blé et maïs) l'augmentation de la teneur en eau des semences est très rapide en début d'imbibition, puis diminue et devient nulle dans les cas particuliers où les semences sont mortes, ou vivantes mais en équilibre avec l'atmosphère environnante. Owen (1951) propose de représenter l'évolution de la vitesse d'imbibition au cours du temps par la somme de deux courbes exponentielles. En début d'imbibition, la vitesse de transfert d'eau est principalement déterminée par une courbe exponentielle décroissante, qui serait liée à la baisse des différences de potentiel entre la semence et son environnement. Une courbe exponentielle croissante est initiée après un certain temps ; elle correspondrait à une entrée d'eau liée à la reprise d'activités enzymatiques, et notamment d'hydrolyse, donc à une augmentation du potentiel osmotique des semences.

Ce modèle décrit la réalité de manière satisfaisante (figure 1.20). Il permet notamment de bien représenter les différences qui existent entre les semences vivantes et les semences morte à travers la reprise optionnelle des activités métaboliques. Dans le cadre de cette analyse, l'auteur parvient à mesurer et à expliquer l'effet du potentiel extérieur sur les cinétiques d'imbibition, et a donc atteint son objectif.

Le modèle de Blacklow (1972) doit permettre de prévoir la germination des semences à travers l'analyse de leur cinétique d'imbibition. Il est construit sur un principe analogue à celui d'Owen (1951). Sa formulation mathématique de l'évolution de l'humidité au cours du temps fait

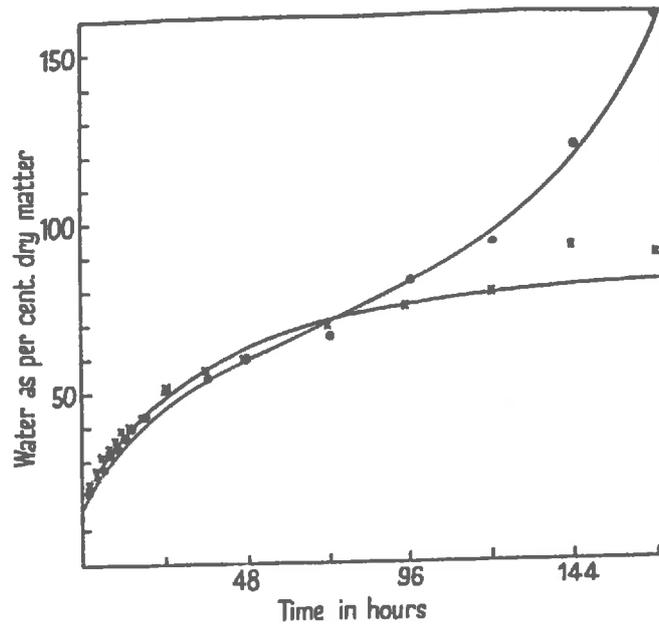


figure 1. 20. Cinétiques d'imbibition expérimentales et ajustées, au potentiel nul. Les ronds représentent des semences vivantes, les croix des semences mortes. D'après Owen (1951)

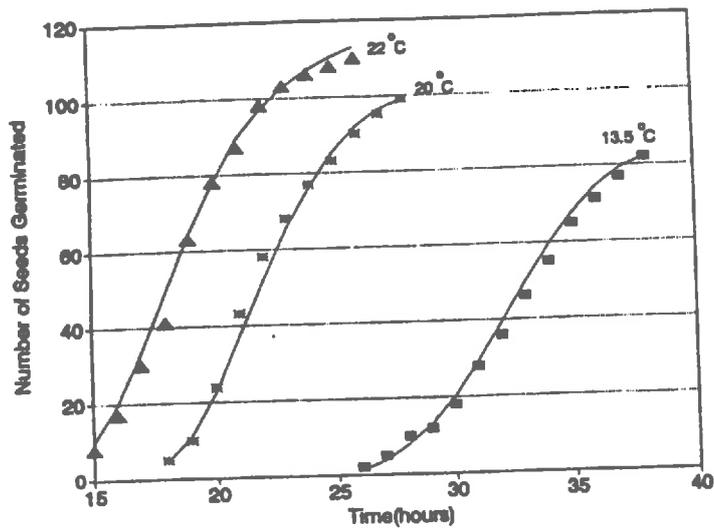


figure 1. 21. Nombre de semences germées en fonction du temps. Les marques représentent les données expérimentales, les lignes continues représentent les ajustements. D'après Hageseth et Cody (1993)

intervenir une courbe exponentielle et une relation linéaire. Ces choix sont très peu liés à des hypothèses concernant les mécanismes de transferts, et sont principalement justifiés par la qualité des ajustements qu'ils permettent d'obtenir. Ces équations permettent donc de représenter l'évolution de l'humidité de manière satisfaisante, mais leur utilisation comme outil de prédiction du déclenchement de la germination paraît compromise par la complexité des liens qui existent entre imbibition et germination.

Peleg (1988) a proposé une équation de type hyperbolique pour décrire l'absorption d'eau par certaines semences ou produits pulvérulents. Sopade *et al.* (1992) ont montré les capacités de ce modèle à prédire le comportement hydrique de trois céréales (maïs, millet, sorgho) dans une certaine gamme de température. La qualité des ajustements semble moins bonne que celle des modèles précédemment décrits, mais est jugée suffisante pour pouvoir ajuster les conditions d'imbibition des semences sèches en fonction de différents impératifs économiques et techniques.

Enfin, la démarche de Waggoner et Parlange (1976) est très différente de celles de leurs collègues. Leur modèle est basé sur l'analyse simultanée du gonflement des semences et de la progression d'un front d'humectation, et sur l'hypothèse, pourtant non vérifiée, que toute variation "dv" du volume des semences est liée à l'absorption du même volume "dv" d'eau. Dans le cas du pois, la théorie développée prévoit la possibilité de calculer des profils d'humidité à l'intérieur des semences à partir de la mesure du volume initial et du suivi des humidités de la couronne périphérique humide, et de la semence entière. Malgré tout l'intérêt que peut représenter cette possibilité de "changement d'échelle" pour l'étude de l'imbibition des semences, nous ne pouvons préjuger de la qualité de ce modèle qui n'a pas été validé par ses auteurs.

2. Modèles de germination

Il existe un certain nombre de modèles mathématiques de prévision de la germination en fonction du temps et de différents facteurs extérieurs. Le modèle de Lindstrom *et al.* (1976) est basé sur la recherche de relations quantitatives simples entre la température, l'humidité du sol, la profondeur de semis et la date à laquelle 80% des plantules sont émergées. Ce modèle empirique ne permet pas toujours une prévision satisfaisante de la réalité ; les auteurs préconisent une approche plus fondamentale qui permettrait de prendre en compte les sensibilités respectives des différents événements qui se succèdent pour aboutir à la levée, et donc de mieux prévoir l'émergence dans une gamme plus contrastée de conditions expérimentales.

La démarche de Hageseth et Cody (1993) est très globale. Ils assimilent la germination à une suite de réactions réversibles relatives à différents états énergétiques par lesquels la semence passe avant l'émergence de la radicule. Ils montrent que dans des situations d'alimentation hydrique non limitante, la cinétique de germination d'une espèce peut être caractérisée de manière satisfaisante par deux coefficients calés sur les données expérimentales, ainsi que par deux relations qui lient ces paramètres à la température. Ce modèle permet de prévoir avec une précision satisfaisante les conséquences de différentes variations de température sur les cinétiques de germination de semences de laitue, de navet et d'alphalpa (figure 1.21). Toute extrapolation de ces résultats à des situations d'alimentation en eau moins favorables est cependant impossible.

E. Conclusion de l'analyse bibliographique

La germination des semences non traitées a fait l'objet de nombreuses études. Les principaux facteurs déterminant les cinétiques d'imbibition et la respiration des semences ont été identifiés, mais les relations entre imbibition et respiration restent cependant mal comprises.

Les principaux résultats relatifs aux transferts d'eau montrent que les cinétiques d'imbibition des semences sont essentiellement déterminées par trois paramètres : le potentiel hydrique du milieu d'implantation, le contact sol-semence et la conductivité hydrique du sol. On retiendra surtout que les imbibitions sont plus rapides en phase liquide qu'en phase gazeuse et que pour des semences ne présentant pas de voie d'entrée d'eau préférentielle, la vitesse d'imbibition est en grande partie déterminée par les fractions de leurs surfaces respectivement en contact avec de l'eau liquide et la vapeur d'eau. La vitesse d'imbibition est par ailleurs affectée par la température et certaines études ont mis en évidence des effets de mouillabilité se manifestant en début d'imbibition. Des propriétés physiques et-chimiques des semences ayant des effets sur l'imbibition des semences ont été identifiés : taille des semences et composition chimique (influence du vieillissement des semences).

D'un point de vue pratique, l'ensemble de ces résultats nous amène à définir des conditions d'expérimentations très strictes pour toute étude concernant l'imbibition des semences : les conditions d'imbibition aux limites des semences doivent être parfaitement définies, la température doit être contrôlée, les semences conservées dans de bonnes conditions pour assurer la stabilité de leur propriétés hydriques tout au long de la période d'étude. En ce qui concerne la taille des semences, il paraît par ailleurs nécessaire de ne pas se limiter à des études

de cinétiques d'imbibition moyenne, mais d'étudier également la variabilité du comportement des semences. La variabilité des rapports surface/volume (et parfois de la morphologie des téguments) associée à la distribution des tailles des semences peut en effet entraîner des variations de vitesses d'imbibition, qui se traduisent par un étalement plus ou moins important des germinations. Cet effet est plus marqué en conditions sèches.

Certains travaux ont donné lieu à la mise au point de modèles d'imbibition et/ou de germination. Les modèles d'imbibition peuvent être empiriques ou mécanistes. Dans le cas de modèles mécanistes, les transferts d'eau sont décrits par les lois de Fick ou Darcy. Ils sont décrits dans une direction de l'espace dans le cas où l'on admet qu'il existe une symétrie sphérique. Ils peuvent également être décrits dans un espace à deux dimensions pour tenir compte des morphologies spécifiques d'une espèce (forme ellipsoïdale des grains de riz).

La résistance aux transferts est en général distribuée de façon homogène au sein de la semence. Cependant, certains modèles prennent en compte simultanément une résistance interne et une résistance périphérique (ce qui permet d'évaluer l'influence respective de l'endosperme et des téguments sur l'imbibition). Dans le cas du modèle de Bruckler (1983), l'ensemble de la résistance est affectée à une couche poreuse fictive. À notre connaissance, il n'existe pas de modèle prenant en compte explicitement les voies de transferts préférentielles telles qu'elles ont été mises en évidence par certains auteurs.

Le choix de la structure des modèles ne semble pas reposer sur des observations pertinentes des lieux de transferts et de résistances au sein des semences. Dans ce contexte, il nous semblait nécessaire de travailler simultanément avec plusieurs modèles se distinguant par la structure des semences vis-à-vis des transferts d'eau. Pratiquement, nous nous sommes limités à l'utilisation du modèle de Bruckler (1983) et à la création d'un modèle où les résistances sont distribuées dans l'ensemble de la semence. Nous n'avons pas envisagé de modèle prenant en compte des chemins préférentiels, car ces modèles nécessitent une description fine de la semence.

Les effets des pellicules sur l'imbibition et la germination des semences ont été peu étudiés dans la littérature. Quelques travaux existent cependant. Ils ont permis d'identifier un certain nombre de propriétés physico-chimiques des pellicules sur la germination des semences. Parmi ces propriétés, hydrophilie/phobie, dose, structure et stabilité structurale sont souvent évoquées, mais leurs effets respectifs ne sont pas mis en évidence. Nous nous sommes donc intéressés à la mouillabilité des pellicules, à leur comportement mécanique et à l'effet de dose. Nous avons tenté de découpler leur influence respective sur l'imbibition des semences.

L'étude des pellicules alimentaires a montré que la technologie d'application et l'état structural des pellicules ont une influence déterminante sur la perméabilité aux transferts d'eau des pellicules. Les pellicules que nous avons analysées devaient donc être étudiées sur les semences ou sur des supports de formes et dimensions proches de celles des semences. Dans ce deuxième cas, elles ont été appliquées avec les mêmes technologies que celles mises en oeuvre pour le pelliculage des semences.

CHAPITRE 2

Modélisation de l'imbibition de supports pelliculés Approche simplifiée des effets résistifs des pellicules

Introduction

L'analyse des différents modèles d'imbibition présentés dans la partie précédente nous amène à définir les conditions que doivent remplir des modèles destinés à caractériser les résistances aux transferts d'eau de différentes pellicules. Les modèles doivent, d'une part, être basés sur les lois physiques de la diffusion, et d'autre part, représenter le plus fidèlement possible les mécanismes réels d'imbibition.

Le premier objectif de ce chapitre est donc d'accéder à une meilleure connaissance de la structure d'une semence vis-à-vis des transferts d'eau. Pour répondre à cet objectif, nous avons testé la possibilité de discriminer entre différentes hypothèses sur la localisation de la résistance aux transferts d'eau de la semence, à partir de l'analyse par un modèle d'une ou de plusieurs imbibitions expérimentales. Pour cette étude, nous avons choisi deux modèles :

- un modèle où la résistance à l'imbibition est uniquement localisée à la périphérie de la semence. C'est le modèle C.P.F. (Bruckler, 1983) ;
- un modèle où la résistance aux transferts est distribuée dans l'ensemble dans la semence (modèle à Résistance Diffuse Homogène) avec trois configurations différentes :
 - la semence est un milieu sphérique homogène ;
 - la semence est un milieu sphérique homogène entouré d'une couche dont la résistivité au transfert n'est que légèrement supérieure à celle du milieu sphérique ;
 - la semence est un milieu sphérique homogène entouré d'une couche dont la résistivité au transfert est très importante.

La dernière configuration du modèle RDH permet de placer la semence dans un cadre proche de celui décrit correctement par le modèle CPF. Nous n'avons pas envisagé de modèle prenant en compte l'existence de voies d'entrée d'eau préférentielles, telles qu'elles ont été mises en évidence par Bourdu et Bousser (1990) sur semences de maïs.

Pratiquement, on se propose de réaliser des simulations à l'aide du modèle RDH et d'inverser le modèle CPF sur ces simulations. La démarche inverse aurait pu être adoptée. Vis-à-vis de nos objectifs, ces deux démarches sont équivalentes.

Le deuxième objectif de ce chapitre est lié au choix du modèle à l'aide duquel nous caractériserons les résistances aux transferts d'eau des pellicules. Ce choix est conditionné par la possibilité de mettre en évidence la structure de la semence vis-à-vis des transferts d'eau. Il est également fonction des différentes possibilités qu'offrent les modèles en terme d'extrapolation des résultats à des situations non testées. Concrètement, l'hypothèse concernant la distribution de la résistance aux transferts d'eau dans la semence est à l'origine de différences majeures dans les structures et les domaines d'application respectifs des modèles RDH et CPF.

D'un point de vue théorique, le modèle RDH est un modèle à résistance distribuée. Il s'agit d'un modèle 1-D qui ne permet pas de tenir compte des surfaces d'imbibition en phase liquide et gazeuse. Il décrit actuellement des transferts en phase liquide. Il pourrait aisément être étendu à 2 ou 3 dimensions pour tenir compte de conditions aux limites variées. Il pourrait par ailleurs être couplé à des transferts d'eau en phase gazeuse, mais les hypothèses portant sur ce couplage posent actuellement problème pour expliquer les cinétiques d'imbibition très différentes entre les phases liquide et gazeuse. Ainsi, on admet très souvent qu'il y a équilibre thermodynamique instantané entre les phases d'eau liquide et gazeuse en tout point d'un milieu poreux. Dans ce cadre d'hypothèse, l'imbibition ne devrait dépendre que du potentiel de l'eau à sa périphérie. En particulier, à potentiel hydrique nul, l'imbibition devrait se faire à la même vitesse pour une pression de vapeur saturante ou pour une nappe d'eau libre, ce qui n'est évidemment pas le cas.

Au contraire, le modèle CPF permet de simuler des flux en phases liquide et gazeuse. Néanmoins, il n'y a pas de couplage de ces flux au sens strict. Au niveau d'un élément de surface de la semence, les transferts se font de manière exclusive, soit en phase liquide, soit en phase gazeuse, et aucune ébauche d'interaction entre ces deux types de flux n'est proposée. Ainsi, le modèle CPF permet de refléter des imbibitions dans des conditions plus variées que le modèle RDH.

D'un point de vue pratique, le modèle CPF est plus facile à mettre en oeuvre que le modèle RDH. La méthode de simulation est très simple et le nombre de paramètres à régler pour assurer la fiabilité de la solution numérique est faible.

Le modèle CPF pourrait donc être un candidat particulièrement intéressant pour l'étude des transferts d'eau à travers les pellicules. Ce constat nous amène à rechercher des règles permettant de passer des caractéristiques de la semence pelliculée inversées par le modèle CPF aux caractéristiques des pellicules telles qu'elles ont été définies par le modèle RDH. Nous devons également déterminer les domaines de validité de ces règles de passage, de façon à pouvoir les appliquer sans introduire de biais sur l'estimation des résistances aux transferts d'eau des pellicules, lors des études d'imbibition de semences pelliculées.

Dans un premier temps, nous présentons de façon détaillée le modèle RDH, qui a été développé dans le cadre de cette thèse. Dans la deuxième partie de ce chapitre, nous présentons les résultats des différents tests de comparaison des modèles RDH et CPF pour des imbibitions en phase liquide de systèmes bi-couches présentant des propriétés hydrodynamiques similaires en phase liquide. Dans une dernière partie, ces résultats sont étendus à des systèmes où support et pellicule présentent des propriétés hydrodynamiques quelconques.

1. Le modèle à résistance diffuse homogène

1.1. Bases physiques du modèle RDH

Basé sur la loi de Darcy, le modèle RDH permet l'étude des imbibitions de semences nues ou pelliculées en phase liquide. La semence est assimilée à une sphère, dont les propriétés de résistance aux transferts d'eau sont supposées homogènes. La pellicule est assimilée à une couche d'épaisseur constante, appliquée à la surface de la semence. Le système est supposé indéformable.

Les transferts d'eau à l'intérieur de la semence sont décrits par la loi de Darcy :

$$q_r = -K_{RDH}(\omega_r) \cdot \left(\frac{\partial \psi}{\partial r} \right) \quad [1]$$

avec :

- r : coordonnée sphérique [m] ;
- q_r : flux selon Or [$m^3 s^{-1} m^{-2}$] ;
- ω_r : humidité massique [$kg \cdot kg^{-1}$] ;
- $K_{RDH}(\omega_r)$: conductivité hydrique [$m^2 s^{-1} Pa^{-1}$].

L'application du principe de conservation de la masse à un élément quelconque de la semence permet d'établir l'équation générale de transfert qui est exprimée en coordonnées sphériques de la manière suivante :

$$\frac{\rho_i}{\rho_{eau}} \cdot \frac{\partial \omega_r}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial r} \left(K_{RDH}(\omega_r) \cdot \frac{\partial \psi}{\partial r} \right) + \frac{2}{r} \cdot K(\omega_r) \cdot \frac{\partial \psi}{\partial r} \quad [2]$$

avec : ρ_{eau} : masse volumique de l'eau [$kg \cdot m^{-3}$] ;
 ρ_i : masse volumique apparente du milieu i (semence ou pellicule) [$kg \cdot m^{-3}$] ;
 t : temps [s].

Pour simplifier les écritures, nous posons :

$$K(\omega_r) = \frac{\rho_{eau}}{\rho_i} \cdot K_{RDH}(\omega_r) \quad [3]$$

Pour nous affranchir des discontinuités d'humidités au niveau des interfaces de milieux bi-couches, nous transformons l'équation [2] de façon à simuler les évolutions de potentiels. Dans les cas où ρ_i ne varie pas avec r , l'équation [2] peut s'exprimer comme suit :

$$\frac{\partial \psi}{\partial t} = \frac{\partial \psi}{\partial \omega_r} \cdot \left[\frac{\partial}{\partial r} \left(K(\omega_r) \cdot \frac{\partial \psi}{\partial r} \right) + \frac{2}{r} \cdot K(\omega_r) \cdot \frac{\partial \psi}{\partial r} \right] \quad [4]$$

A cette équation, nous associons la condition initiale suivante :

$$\psi(r, t) = \psi_0 \quad \text{à } t=0 \text{ et pour } 0 \leq r \leq R+e \quad [5]$$

avec : R : rayon de la sphère [m] ;
 e : épaisseur de la pellicule [m] ;

Aux limites du système, nous associons à l'équation [4] les conditions suivantes :

- potentiel constant à l'interface semence-milieu extérieur :

$$\psi(r, t) = \psi_e \quad \forall t > 0 \text{ et pour } r=R+e \quad [6]$$

- flux nul au centre de la semence :

$$\frac{\partial \psi}{\partial r} = 0 \quad \forall t \text{ et pour } r=0 \quad [7]$$

1.2. Paramètres du modèle RDH

Pour décrire l'imbibition d'un système, le modèle R.D.H. nécessite la connaissance de caractéristiques morphologiques et de propriétés hydrodynamiques du système :

- le rayon de la sphère, l'épaisseur de la pellicule et la masse volumique de l'ensemble ;
- les relations $\psi(\omega)$ entre le potentiel et l'humidité massique ;
- les conductivités $K(\omega)$.

Les fonctions $\psi(\omega)$ et $K(\omega)$ sont supposées être des fonctions exponentielles. Leur dépendance à l'humidité a été calquée sur les fonctions $\psi(\omega)$ et $K'(\omega)$ proposées par Bruckler (1983). Ces fonctions avaient été choisies en raison de leur performance pour représenter des données expérimentales concernant l'imbibition de semences de maïs.

1.3. Mise en oeuvre numérique du modèle RDH

1.3.1. Principe de la méthode des éléments finis

En général, l'équation [4] n'admet pas de solution analytique. Dans notre étude, elle est résolue par la méthode numérique des éléments finis de Galerkin. Cette méthode permet de calculer une solution approchée du système d'équations différentielles précédemment décrit (l'équation générale des transferts et les équations définissant les conditions initiales et aux limites) en un ensemble fini de points appelés noeuds et pour un ensemble fini de dates.

L'espace est subdivisé en un ensemble fini d'éléments (des segments dans notre cas). Nous supposons que les variables du modèle (ω_r, ψ, K_{RDH}) ainsi qu'une fonction de pondération φ liée à la méthode varient linéairement sur chacun de ces domaines élémentaires. La qualité de la solution dépend de la validité de ces approximations linéaires. Elle est donc a priori fonction de la taille des éléments. L'avance dans le temps se fait selon un schéma implicite avec variation linéaire dans le temps des variables précédemment définies. La qualité de la solution dépend donc a priori également des intervalles de temps.

Le modèle a été écrit en Fortran77. Il est implanté sur une station de travail SUN (Sparc10).

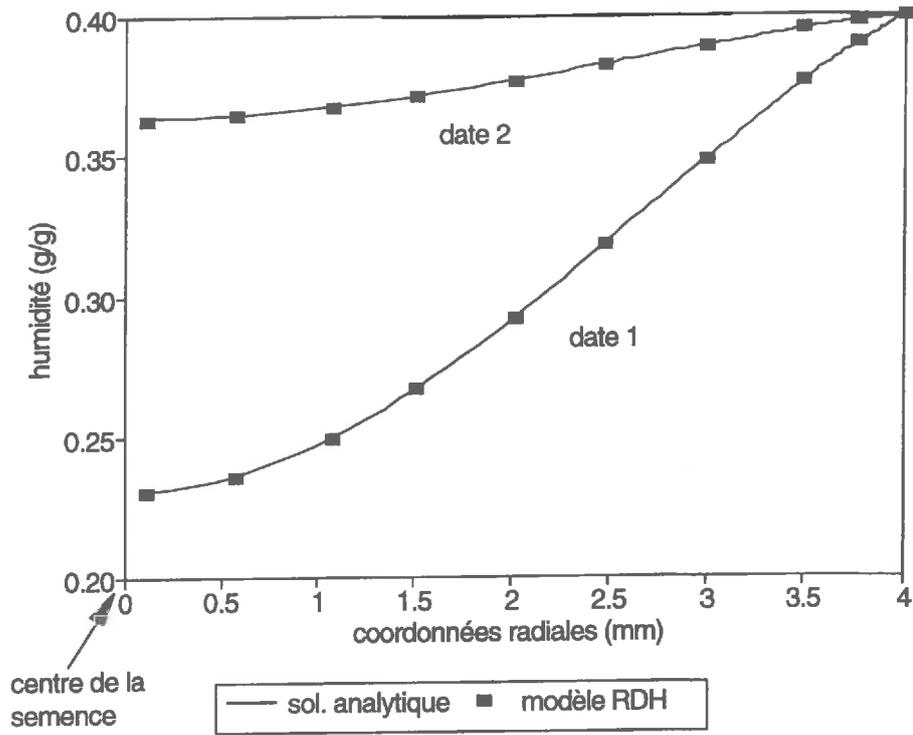


figure 2. 1 : Profils d'humidité dans la semence obtenus par simulation pour deux dates différentes (date 1 < date 2).

1.3.2. Définition des pas d'espace et de temps

La mise en oeuvre du modèle RDH nécessite la définition de pas d'espace Δr et de pas de temps Δt adaptés à l'étude de l'imbibition de semences de maïs. Δr et Δt sont optimisés de manière indépendante, en fonction des exigences de l'utilisateur en termes de précision des résultats et de temps de calculs.

a. Maillage

Pour le support, nous avons choisi de construire un maillage avec accroissement des pas de temps de la périphérie vers le centre. Ses caractéristiques sont les suivantes :

- la taille des éléments suit une progression géométrique,
- le rapport entre les éléments extrêmes est égal à $\frac{1}{20}$.

A l'issue de différents tests, réalisés avec des pas de temps constants et suffisamment petits, nous avons fixé à 81 le nombre de noeuds du support.

Du fait de sa position à l'interface entre le support et le milieu extérieur, du fait également de ses dimensions variables, la pellicule a fait l'objet d'une discrétisation différente de celle du support. Le maillage est régulier et la dimension des éléments est fixée de façon à ce que les flux d'eau de part et d'autre de l'interface semence-pellicule ne soient pas très différents.

b. Pas de temps

Le pas de temps peut être augmenté, de façon à limiter les temps de calculs, ou au contraire être réduit, pour que les variations de potentiels et d'humidités affectant les différents noeuds entre t et $t+\Delta t$ ne dépassent pas certains seuils critiques. La valeur de ces seuils critiques a été fixée en fonction des résultats de différents tests.

1.3.3. Tests de validation du code informatique

Pour vérifier que le code informatique est bon, nous nous sommes placés dans un cadre où nos équations différentielles admettent des solutions analytiques, ce qui permet de comparer des simulations numériques (réalisées dans des bonnes conditions pour Δt et Δr) avec des solutions analytiques.

Pratiquement, nous avons défini une constante K et avons posé :

$$\psi(\omega) = \omega \text{ et } \forall \omega, K(\omega) = K$$

La comparaison des profils d'humidités calculés de manières analytique et numérique est très satisfaisante. La figure 2.1 donne un exemple de comparaison pour 2 dates. Nous pouvons donc penser que le code informatique ne comporte pas d'erreur de programmation.

2. Comparaison des modèles R.D.H et C.P.F dans le cas de systèmes support-pellicule présentant des propriétés hydrodynamiques similaires

Par propriétés hydrodynamiques similaires, nous entendons la même relation $\psi(\omega)$ et, à un facteur de proportionnalité près, la même relation $K(\omega)$.

Dans cette partie, nous présentons les résultats de différents tests de comparaison des modèles RDH et CPF. Nous rappelons que nos objectifs étaient :

- de rechercher des différences entre les imbibitions simulées par les 2 modèles qui soient susceptibles de nous renseigner sur la distribution des résistances au sein de la semence. Pratiquement, nous avons évalué les possibilités du modèle CPF en terme d'ajustement de paramètres permettant de représenter sans biais des données simulées par le modèle RDH pour diverses distributions de résistance aux transferts d'eau ;
- de déterminer des règles de passage entre les caractéristiques des systèmes pelliculés inversés par le modèle CPF et les caractéristiques des pellicules définies par le modèle RDH.

Après avoir présenté rapidement notre plan de simulations, nous développons de manière successive les résultats obtenus dans les trois configurations du modèle RDH. Pour ces trois configurations, nous avons défini les appellations suivantes :

- systèmes à résistance diffuse uniforme pour les milieux homogènes ;
- systèmes à résistance périphérique pour les milieux homogènes entourés d'une couche dont la résistivité aux transferts est très importante ;
- systèmes à résistance diffuse hétérogène pour les milieux homogènes entourés d'une couche dont la résistivité aux transferts n'est que légèrement supérieure à celle du milieu périphérique.

2.1. Matériels et méthodes numériques

Nous avons défini un support, qui constitue la base de tous les autres systèmes. Ses caractéristiques sont les suivantes :

rayon de la sphère :	$4 \cdot 10^{-3} \text{ m}$
masse volumique :	$1000 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3}$
propriétés d'absorption :	$\psi = -0.459 \cdot 10^9 \cdot \exp(-17.9 \cdot \omega) \text{ (Pa)}$
conductivité :	$K_{RDH} = 0.20 \cdot 10^{-19} \cdot \exp(11 \cdot \omega) \text{ (m}^2 \text{s}^{-1} \text{Pa}^{-1}\text{)}$

Pour $\psi(\omega)$, la valeur des paramètres de la fonction a été fixée après ajustement sur des données expérimentales que nous avons obtenues et qui couvrent la gamme de potentiels $[-2090; -208] \cdot 10^5 \text{ Pa}$. Pour $K_{RDH}(\omega) = a_{RDH} \cdot \exp(b_{RDH} \cdot \omega)$, la valeur de b_{RDH} a été empruntée à la formule de conductance que Frem (1992) a ajusté grâce au modèle CPF sur une cinétique d'imbibition de semences de maïs en phase liquide. La valeur de a_{RDH} a été fixée après quelques tests préliminaires, de façon à ce que la vitesse d'imbibition du support soit comparable à celle des semences.

Les propriétés des milieux périphériques, ou pellicules, ont été définies comme suit :

épaisseur :	de 2 à $125 \cdot 10^{-6} \text{ m}$
masse volumique :	$1000 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3}$
propriétés d'absorption :	$\psi = -0.459 \cdot 10^9 \cdot \exp(-17.9 \cdot \omega) \text{ (Pa)}$
conductivité :	$K_{RDH} = a_{RDH} \cdot \exp(11 \cdot \omega) \text{ (m}^2 \text{s}^{-1} \text{Pa}^{-1}\text{)}$

On notera surtout que les propriétés d'absorption des pellicules sont supposées identiques à celles du support et que le coefficient b_{RDH} des pellicules est supposé égal à celui du support ($b_{RDH} = 11$). Ces contraintes ont été imposées de façon à simplifier les analyses ultérieures. En fin de chapitre, nous proposons quelques calculs concernant des systèmes bi-couches pour lesquels support et pellicule ont des propriétés d'absorption différentes.

Les cinétiques d'imbibition des différents systèmes ont été simulées par le modèle RDH sur des périodes de 30 heures. Dans ces conditions, l'humidité atteinte en fin de simulation pour des supports isolés (systèmes à résistance diffuse homogène) est légèrement supérieure à l'humidité critique des semences de maïs.

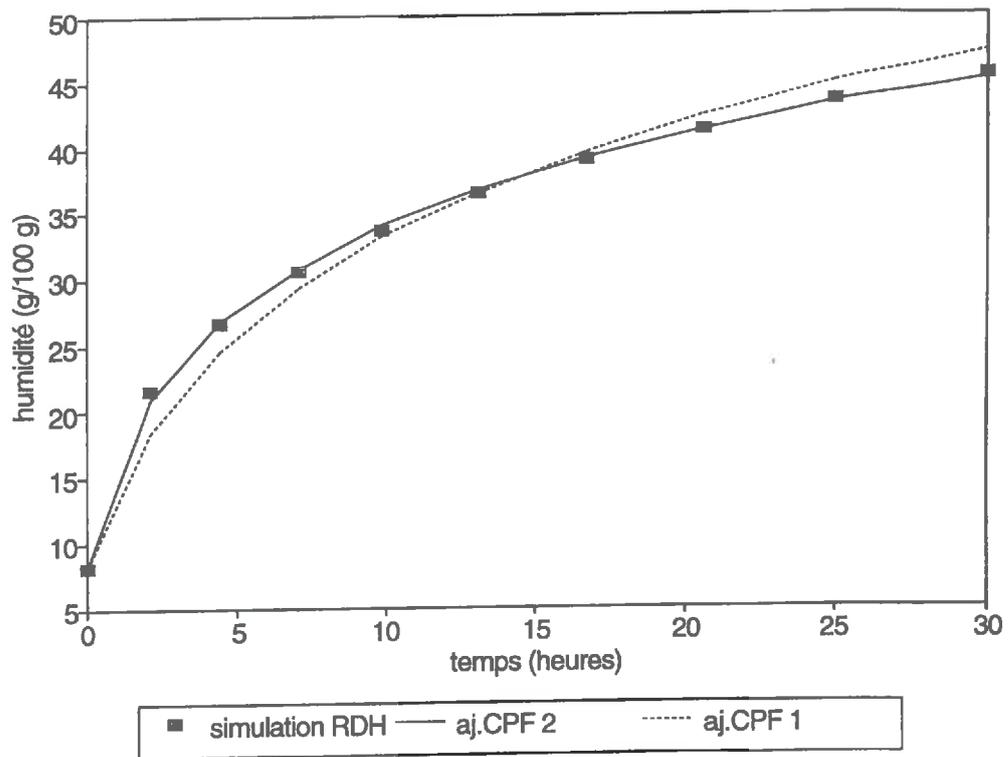


figure 2. 2 : Cinétiques d'imbibition d'un système à résistance diffuse uniforme. Simulation par le modèle RDH et simulation après ajustement d'1 ou de 2 paramètres par le modèle CPF.

Les cinétiques simulées avec le modèle RDH sont analysées à l'aide du modèle CPF, de façon à calculer des fonctions $K'_{CPF}(\omega)$ caractéristiques des systèmes. Pour chaque cinétique, nous ajustons 2 fonctions $K'_{CPF}(\omega)$: l'une résulte de l'ajustement de 2 paramètres a et b tels que $K'_{CPF}(\omega) = a \cdot \exp(b \cdot \omega)$; l'autre résulte de l'ajustement du seul paramètre a , b étant supposé égal à $b_{RDH} = 11$.

L'évaluation des performances du modèle CPF peut se faire suivant différents critères, parmi lesquels nous avons retenu la comparaison des cinétiques "expérimentales" et ajustées.

Pour la recherche de règles de passage entre les coefficients ajustés par le modèle CPF et les coefficients théoriques liés au modèle RDH, nous raisonnerons principalement en termes de résistivité (R) et de résistance (R'). Une résistivité est l'inverse d'une conductivité et une résistance est le produit d'une résistivité par l'épaisseur sur laquelle elle est appliquée. Dans le cadre de cette définition et étant donné [3], on a en tout point d'un système RDH :

$$R_{RDH} = \frac{1}{K_{RDH}} = \frac{\rho_{eau}}{\rho_i} \cdot \frac{1}{K}$$

Dans un premier temps, nous comparons les coefficients b ajustés (ajustement simultané des 2 paramètres de la conductance K'_{CPF}) aux coefficients b_{RDH} qui représentent la valeur théorique de la sensibilité à l'humidité de la conductivité du système étudié.

Dans un deuxième temps, nous nous intéressons aux résultats des ajustements réalisés par le modèle CPF lorsque $b = b_{RDH} = 11$. Ces ajustements permettent de comparer les résistivités CPF et RDH pour des humidités quelconques.

2.2. Systèmes à résistance diffuse uniforme

Les systèmes à résistance diffuse uniforme sont constituées d'un seul milieu, dont les propriétés de résistivité sont distribuées de manière homogène de la périphérie au centre. Le système étudié correspond au support précédemment décrit. La vitesse d'imbibition de ce système qui absorbe environ 30% de sa masse sèche en 30 heures est proche de la vitesse d'imbibition de semences de maïs placées en contact avec de l'eau libre (Bruckler, 1983).

Lorsque les 2 paramètres de la fonction $K'_{CPF}(\omega) = a \cdot \exp(b \cdot \omega)$ sont ajustés simultanément sur les données expérimentales, le modèle CPF permet de représenter la cinétique RDH de manière très précise (figure 2.2). Les écarts entre les données simulées par le modèle RDH et les données ajustées par le modèle CPF n'excèdent pas 0,6 %. Les paramètres a et b issus de

l'ajustement sont présentés dans le tableau 2.1. On constate que la valeur du paramètre b est différente de la valeur théorique $b_{RDH} = 11$. La sensibilité à l'humidité de la conductivité d'un milieu à résistance diffuse homogène n'est donc pas intégralement restituée par le modèle CPF.

En fixant $b=11$, on dégrade la qualité de l'ajustement, et la cinétique ajustée présente un biais par rapport à la cinétique simulée par le modèle RDH (figure 2.2). Les données ajustées sous-estiment l'humidité des systèmes en début d'imbibition, et la sur-estiment au delà de 15 heures. L'existence de ces biais est à rapprocher des observations que nous avons faites en ce qui concerne la valeur de b obtenue lors de l'ajustement de 2 paramètres.

	2 paramètres		1 paramètre
	a	b	a
moyenne	$0.187 \cdot 10^{-15}$	8.54	$0.936 \cdot 10^{-16}$
intervalle de confiance	$[0.167; 0.207] \cdot 10^{-15}$	[8.18; 8.90]	$[0.852; 1.019] \cdot 10^{-16}$

Tableau 2.1 : Paramètres ajustés par le modèle CPF sur des données simulées par le modèle RDH. Système à résistance diffuse uniforme.

Le modèle CPF peut représenter l'imbibition de systèmes présentant des fonctionnements très différents du sien avec une très grande précision. L'analyse d'une cinétique d'imbibition par les modèles présentés n'apporte donc aucune information sur la distribution des résistances au sein de la semence.

2.2. Systèmes à résistance périphérique

Nous désignons sous le terme de système à résistance périphérique des systèmes bi-couches dans lesquels la résistivité aux transferts d'eau du support devient négligeable par rapport à celle de la pellicule. Les caractéristiques de la pellicule que nous étudions sont résumées ci-dessous :

$$\begin{aligned} \text{épaisseur :} & \quad 100 \cdot 10^{-6} \text{ m} \\ \text{conductivité :} & \quad K_{RDH} = 0.20 \cdot 10^{-21} \cdot \exp(11 \cdot \omega) \end{aligned}$$

La résistivité de la pellicule est 100 fois plus élevée que celle de son support. Dans ce contexte, on peut penser que le fonctionnement du système présenté s'apparente au fonctionnement décrit par le modèle CPF.

2.2.1. Ajustement de 2 paramètres

La qualité des ajustements obtenus dans cette configuration est similaire à celle décrite pour des systèmes à résistance diffuse homogène. Après ajustement de 2 paramètres sur les données expérimentales, le modèle CPF permet de représenter la cinétique RDH de manière très précise (figure 2.3).

Les valeurs des paramètres a et b issus de cet ajustement sont présentées dans le tableau 2.2.

	2 paramètres		1 paramètre
	a	b	a
moyenne	$0.135 \cdot 10^{-16}$	3.74	$0.579 \cdot 10^{-17}$
intervalle de confiance	$[0.088; 0.182] \cdot 10^{-16}$	[0.76; 6.72]	$[0.548; 0.611] \cdot 10^{-17}$

Tableau 2.2 : Paramètres ajustés par le modèle CPF sur des données simulées par le modèle RDH. Système à résistance périphérique.

Le coefficient b ajusté est significativement inférieur au coefficient b_{RDH} . La sensibilité à l'humidité de la conductivité de la pellicule est donc très mal restituée par le modèle CPF.

Pour évaluer l'influence de la gamme de variation de l'humidité du système sur la valeur du coefficient b , nous avons simulé l'imbibition de ce même système avec le modèle RDH sur une période plus longue. Lorsque la durée de l'imbibition est de 90 heures, l'humidité finale du système est d'environ 25 %. Dans cette configuration, le coefficient b ajusté avec le modèle CPF est égal à 8.70. Il est beaucoup plus proche de sa valeur théorique b_{RDH} . Le coefficient b ajusté par le modèle CPF n'est donc pas uniquement déterminé par les propriétés hydrodynamiques de la pellicule. Il est également fonction de la gamme d'humidité rencontrée. Ce résultat, probablement général, n'est pas simple à interpréter. D'un point de vue pratique, l'analyse des coefficients ajustés apparaît très délicate. Ainsi, les comparaisons des coefficients b ajustés pour 2 pellicules différentes ne semblent avoir de sens que si ces coefficients ont été ajustés sur des cinétiques dont les humidités finales sont comparables.

2.2.2. Ajustement de 1 paramètre

De même que pour les systèmes à résistance diffuse homogène, la cinétique ajustée présente des biais par rapport à la cinétique RDH lorsqu'on fixe à 11 la valeur de l'exposant b (figure 2.4). Les données ajustées sous-estiment l'humidité des systèmes en début d'imbibition, et la sur-estiment au delà de 20 heures. Néanmoins, comme ces biais n'excèdent pas 0,5%

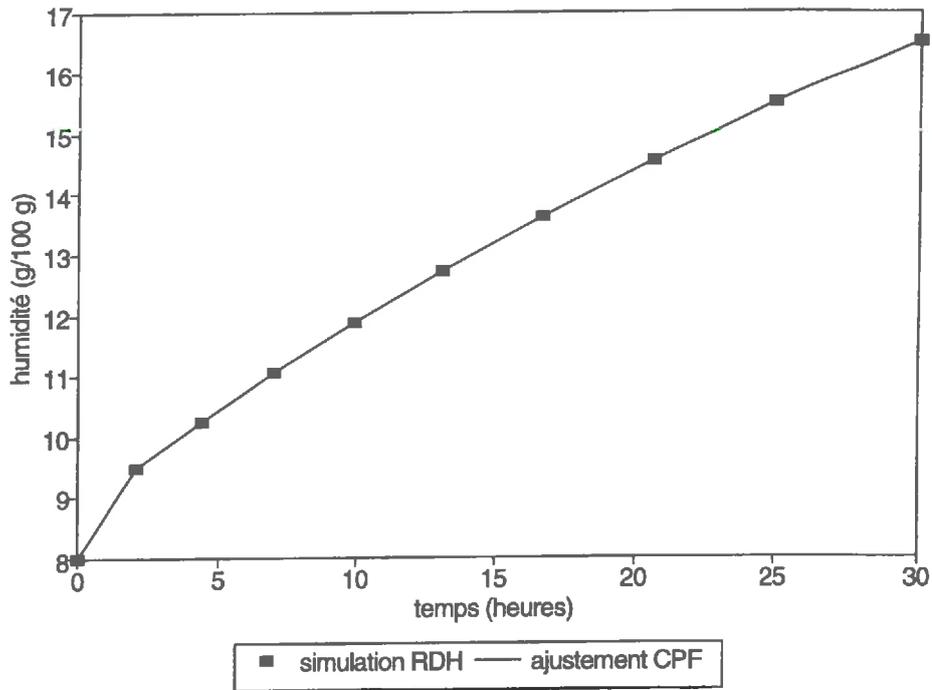


figure 2. 3 : Cinétiques d'imbibition d'un système à résistance périphérique. Simulation par le modèle RDH et simulation après ajustement de 2 paramètres par le modèle CPF.

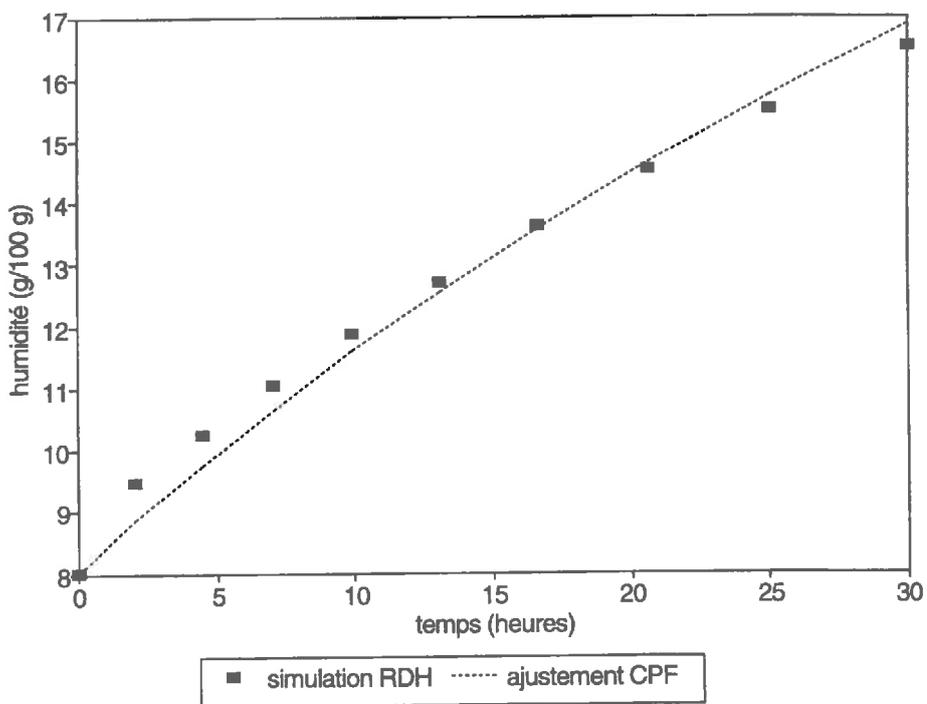


figure 2. 4 : Cinétiques d'imbibition d'un système à résistance périphérique. Simulation par le modèle RDH et simulation après ajustement d' 1 paramètre par le modèle CPF.

d'humidité, nous considérons que la conductance ajustée lorsque $b = 11$ permet de représenter de manière acceptable le fonctionnement du système à résistance principalement périphérique.

2.2.3. Comparaison des résistivités RDH et CPF

Dans le cas du modèle CPF, nous faisons l'hypothèse que l'expression $K'_{CPF}(\omega)$ est entièrement déterminée par les propriétés conductrices et les caractéristiques morphologiques de la pellicule. L'épaisseur Δx de la couche poreuse fictive est donc égale à l'épaisseur de la pellicule, et on a :

$$K_{CPF}(\omega) = K'_{CPF}(\omega) \cdot e = a \cdot e \cdot \exp(11 \cdot \omega) \quad [8]$$

Les calculs effectués dans le cadre de ces hypothèses montrent que la résistivité de la couche poreuse fictive ajustée par le modèle CPF n'est pas équivalente à celle de la pellicule (système RDH) dont elle décrit le fonctionnement. On a :

$$\frac{R_{CPF}(\omega)}{R_{RDH}(\omega)} \cong 0.35$$

Nous avons analysé le déterminisme de ce rapport, afin de savoir s'il est facilement transposable à des situations non-testées.

Dans le cas du modèle CPF, la résistance de la couche poreuse fictive est exprimée par rapport à l'humidité à l'interface interne de la couche poreuse fictive. Cette humidité étant égale à l'humidité moyenne du système, la résistance et la résistivité de la couche poreuse fictive doivent être calculées en fonction de $\overline{\omega}_s$, l'humidité moyenne du support RDH.

Dans le cas du modèle RDH, la pellicule est caractérisée par une résistivité qui est fonction de l'humidité. L'existence de gradients d'humidité au sein de la pellicule (figure 2.5) entraîne des gradients de résistivité dont il faut tenir compte lors du calcul de la résistance globale de la pellicule. Comme l'épaisseur de la pellicule est faible, on peut supposer qu'à une date quelconque, le flux est constant en tout point de la pellicule. Cette hypothèse nous permet de proposer l'expression suivante pour la résistance globale de la pellicule :

$$\overline{R_{RDH}}(\overline{\omega}_s) = \frac{\int_R^{R+\Delta x} R(\omega_r) \cdot dr}{e} \quad [9]$$

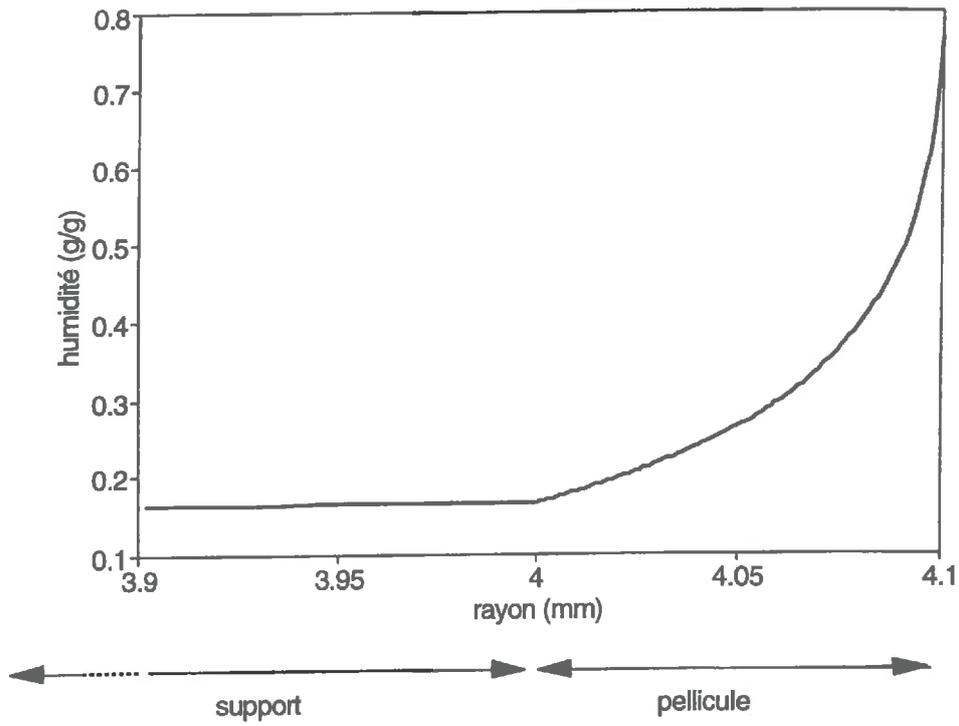


figure 2. 5 : Profil d'humidité à l'interface support-pellicule après 30 heures d'imbibition. Simulation par le modèle RDH, système à résistance périphérique.

La résistance $R_{CPF}(\overline{\omega}_s)$ ajustée par le modèle CPF sur le jeu de données RDH doit donc être égale à $\overline{R_{RDH}}(\overline{\omega}_s)$.

La valeur du rapport $\frac{R_{CPF}(\omega)}{R_{RDH}(\omega)}$ peut être analysée à l'aide des développements suivants.

Comme la résistivité est une fonction décroissante de l'humidité, on a :

$$\omega_r > \omega_{r'} \Rightarrow R_{RDH}(\omega_r) < R_{RDH}(\omega_{r'})$$

On en déduit :

$$\forall R \leq r \leq R+e, R_{RDH}(\omega_R) \geq R_{RDH}(\omega_r) \geq R_{RDH}(\omega_{R+e}) \quad [10a]$$

D'autre part, comme la résistivité du support est négligeable par rapport à celle de la pellicule, on a $\omega_R = \omega_s$ à l'interface support-pellicule. L'équation [10a] peut donc s'écrire :

$$\forall r \geq R, R_{RDH}(\omega_r) < R_{RDH}(\overline{\omega}_s) \quad [10b]$$

Si on admet que $R_{CPF}(\overline{\omega}_s) = \overline{R_{RDH}}(\overline{\omega}_s)$, la combinaison de [9] et [10b] nous permet de démontrer l'inégalité suivante :

$$\frac{R_{CPF}(\overline{\omega}_s)}{R_{RDH}(\overline{\omega}_s)} < 1$$

De façon plus précise, on peut écrire :

$$\frac{R_{CPF}(\overline{\omega}_1)}{R_{RDH}(\overline{\omega}_1)} = \frac{\overline{R_{RDH}}(\overline{\omega}_1)}{R_{RDH}(\overline{\omega}_1)} = \frac{\int_R^{R+\Delta x} R_{RDH}(\omega_r) \cdot dr}{R_{RDH}(\overline{\omega}_1) \cdot e} \quad [11]$$

Le rapport des résistivités dépend donc du profil de la courbe $R_{RDH} = f(r)$. Il doit tendre vers le rapport des aires A et B définies comme suit :

- aire A : aire comprise entre la courbe $R_{RDH} = f(r)$ et l'axe des abscisses ;
- aire B : aire du rectangle compris entre les axes des coordonnées, et les droites d'équation $r = R+e$ et $y = R_{RDH}(\omega_R)$.

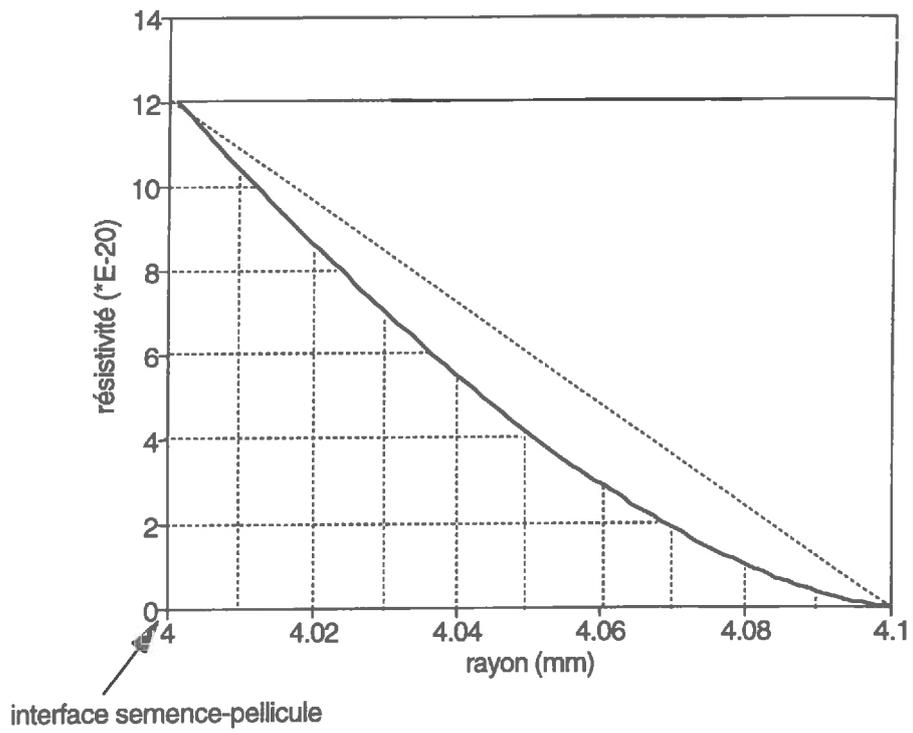


figure 2. 6 : Profil de résistivité dans la pellicule après 1 heure d'imbibition. Simulation par le modèle RDH, système à résistance périphérique.

Sur la figure 2.6, nous avons représenté le profil des résistivités après 1 heure d'imbibition. En première approximation, le rapport $\frac{A}{B}$ vaut environ 40%. Il est donc légèrement supérieur au rapport calculé à partir des paramètres ajustés par le modèle CPF.

L'équation [11] ne permettant pas d'accéder directement à la valeur du rapport des résistivités, nous proposons un calcul basé sur les hypothèses suivantes :

- l'épaisseur e étant très inférieure à R , on peut faire abstraction du repère sphérique, et traiter les transferts à travers la pellicule en coordonnées rectangulaires ;
- e étant très petit, on suppose qu'à une date quelconque, le flux d'eau est égal en tout point de la pellicule.

On pose :

$$K_{RDH}(\omega) = a \cdot \exp(b \cdot \omega)$$

$$\psi = -c \cdot \exp(-d \cdot \omega)$$

La loi de Darcy et les formules précédentes nous permettent d'exprimer le flux d'eau traversant tout élément de la pellicule de la manière suivante :

$$q_l = -a \cdot c \cdot d \cdot \exp((b-d) \cdot \omega) \cdot \frac{\partial \omega}{\partial r} \quad [12]$$

L'intégration de l'équation [12] entre R et $R+e$, permet d'exprimer q_l de la manière suivante :

$$q_l = \frac{a \cdot c \cdot d}{(b-d) \cdot e} \cdot [\exp((b-d) \cdot \omega_{R+e}) - \exp((b-d) \cdot \omega_R)] \quad [13]$$

La conductivité CPF associée au même flux q_l et au gradient de potentiel entre le milieu extérieur et l'interface entre le support et la pellicule peut être calculée comme suit :

$$K_{CPF}(\overline{\omega_s}) = -\frac{a \cdot d}{(b-d)} \cdot \frac{[\exp((b-d) \cdot \omega_{R+e}) - \exp((b-d) \cdot \omega_R)]}{[\exp(-d \cdot \omega_{R+e}) - \exp(-d \cdot \omega_R)]} \quad [14]$$

Si l'on néglige les termes exponentiels en ω_{R+e} par rapport aux termes en ω_R on obtient l'expression simplifiée suivante :

$$K_{CPF}(\overline{\omega_s}) \cong -\frac{a \cdot d}{(b-d)} \cdot \exp(b \cdot \omega_R) \quad [15]$$

En effet, pour un potentiel extérieur proche de 0 (qui correspond à une humidité ω_{R+e} de 80 % environ) et pour des humidités moyennes du support comprises entre 10 et 35 %, l'écart relatif entre la conductivité exacte calculée par l'équation [14] et la conductivité approchée calculée par l'expression [15] est compris entre 0,8 et 5 %. L'approximation proposée est donc meilleure en début d'imbibition quand les gradients d'humidité sont maximum entre la semence et milieu extérieur, mais elle reste tout à fait acceptable en fin d'imbibition.

L'équation [15] permet de calculer la résistivité de la pellicule et comme $\omega_R = \overline{\omega}_1$ on obtient l'égalité suivante :

$$\frac{R_{CPF}(\overline{\omega}_s)}{R_{RDH}(\overline{\omega}_s)} \cong -\frac{b-d}{d} \quad [16]$$

D'après ces calculs, la valeur du rapport $R_{CPF}(\overline{\omega})/R_{RDH}(\overline{\omega})$ relatif au système bi-couche étudié devrait donc être égal à 0.39. Ce résultat théorique est en accord avec la valeur du rapport des aires A/B, mais le résultat du calcul effectué à partir des paramètres ajustés par le modèle CPF est plus proche de 0.35 que de 0.40.

D'après l'équation [15], le coefficient b ajusté par le modèle CPF devrait être égal au coefficient théorique b_{RDH} . Dans la pratique, lors des ajustements CPF que nous avons réalisés sur les cinétiques simulées avec le modèle RDH, cette égalité n'a pas été observée. Les coefficients b ajustés sont inférieurs au coefficient théorique et dépendent de la durée de la simulation ($b_{CPF} \ll b_{RDH}$ pour des temps de simulations courts et $b_{CPF} \cong b_{RDH}$ pour des temps plus longs).

Les analyses que nous avons effectuées aboutissent à une valeur théorique du rapport $R_{CPF}(\overline{\omega})/R_{RDH}(\overline{\omega})$ qui surestime de 10 % environ la valeur calculée après ajustement de paramètres par le modèle CPF. Par ailleurs, ces analyse ne permettent pas d'expliquer les évolutions du coefficient b ajusté en fonction de la durée de la simulation. Ces écarts sont probablement en partie liés à nos hypothèses de calcul. Ainsi, l'hypothèse selon laquelle le fonctionnement d'un système RDH à résistance périphérique peut être assimilée au fonctionnement décrit par le modèle CPF n'est peut-être pas vraie à toutes les dates. En effet, comme les milieux sont faiblement conducteurs à l'état sec, il est possible qu'en début d'imbibition l'humidité ne soit pas égale en tout point du support. Dans ce cas, nos calculs surestiment probablement la résistivité de la couche poreuse fictive. On peut également penser que l'hypothèse concernant l'égalité des flux en tout point de la pellicule est moins vraie pour des temps de simulation courts, par rapport à des durées plus longues. Enfin, lorsqu'on impose $b_{CPF} = b_{RDH}$, les cinétiques CPF ajustées présentent des biais par rapport aux cinétiques

simulées par le modèle RDH. Les écarts entre les rapports de résistivités théoriques et calculés peuvent être en partie liés à ces biais.

Le modèle CPF peut néanmoins être considéré comme un outil intéressant pour l'analyse des cinétiques de systèmes sphériques présentant des résistances principalement périphériques. Lorsque les 2 paramètres de la fonction $K'_{CPF}(\omega) = a \cdot \exp(b \cdot \omega)$ sont ajustés simultanément, le modèle permet de représenter l'imbibition des systèmes de manière très précise. Lorsqu'on impose à l'exposant b sa valeur théorique b_{RDH} , la cinétique simulée après l'ajustement de a présente un biais par rapport à la cinétique RDH, mais la qualité de la représentation reste satisfaisante. Le paramètre $K'_{CPF}(\omega)$ ainsi ajusté peut être considéré comme la conductance d'une couche fictive dont l'épaisseur Δx serait égale à celle de la pellicule du système étudié. Du fait de la représentation simplifiée du système par le modèle CPF, les expressions des résistivités RDH et CPF de la pellicule ne sont pas équivalentes. Dans la configuration étudiée, elles sont reliées par un facteur de proportionnalité proche de 0.35. Nos calculs ont montré que la valeur du coefficient de proportionnalité est en partie déterminée par le profil des résistivités du milieu périphérique. Il dépend donc des caractéristiques de la pellicule.

De la même façon, pour des transferts d'eau en phase gazeuse, nous avons recherché l'existence de relations entre la diffusivité théorique d'une pellicule $D_{RDH}(\omega)$ et sa diffusivité équivalente dans un fonctionnement de type CPF. Les calculs présentés en annexe 1 aboutissent aux égalités suivantes :

$$D_{CPF}(\overline{\omega}_s) \cong \frac{a \cdot d}{(b-d)} \exp(b \cdot \omega_R) \quad [17]$$

$$\frac{D_{CPF}(\overline{\omega}_s)}{D_{RDH}(\overline{\omega}_s)} = -\frac{b-d}{d} \quad [18]$$

Pour les transferts d'eau en phase gazeuse, le rapport des résistivités CPF/RDH est donc égal à celui de la phase liquide.

2.4. Systèmes à résistance diffuse hétérogène

Les systèmes à résistance diffuse hétérogène sont des systèmes bi-couches dans lesquels la résistivité aux transferts d'eau du support est inférieure à celle de la pellicule, mais n'est pas négligeable devant celle-ci. Nous avons développé 3 types de systèmes, qui se distinguent par le rapport de la résistivité de la pellicule sur la résistivité du support (tableau 2. 3). A l'intérieur

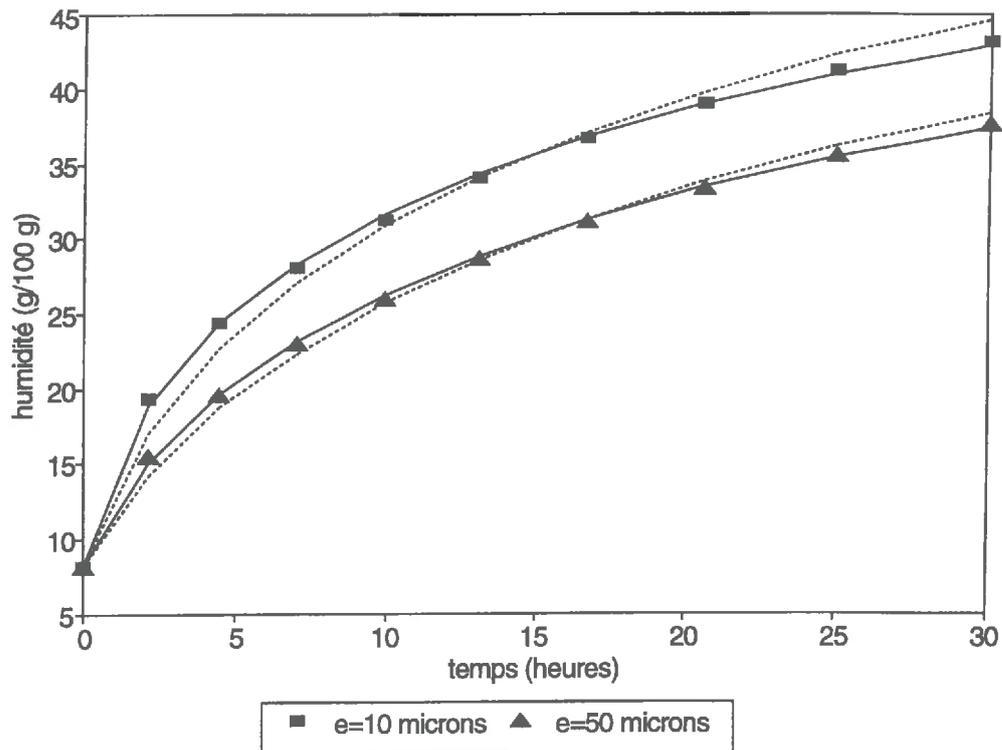


figure 2. 7 : Cinétiques d'imbibition de 2 systèmes à résistance diffuse hétérogène, dont les épaisseurs respectives des pellicules sont de 10 et 50 μ m. Les marques représentent les simulations par le modèle RDH et les lignes représentent les simulations après ajustement d'1 (ligne pointillée) ou de 2 paramètres (lignes continues) par le modèle CPF.

de chaque type, nous avons défini des systèmes dont l'épaisseur de la pellicule varie entre 2 et $125 \cdot 10^{-6}$ m.

	conductivité	rapport des résistivités
série A	$0.40 \cdot 10^{-20} \cdot \exp(11 \cdot \omega)$	5
série B	$0.20 \cdot 10^{-20} \cdot \exp(11 \cdot \omega)$	10
série C	$0.10 \cdot 10^{-20} \cdot \exp(11 \cdot \omega)$	20

Tableau 2. 3 : Conductivité des pellicules correspondant aux 3 types de systèmes étudiés. Le rapport des résistivités correspond à la résistivité de la pellicule divisée par la résistivité de son support.

La qualité des ajustements et le rapport des conductivités CPF et RDH sont similaires pour les trois types de systèmes. Les graphiques présentés sont relatifs aux systèmes de la série B.

2.4.1. Qualité des ajustements

Les cinétiques d'imbibitions simulées par le modèle CPF après ajustement simultané des 2 paramètres a et b (ajustements réalisés pour la série B uniquement) reproduisent avec une précision égale les cinétiques simulées par le modèle RDH, quelle que soit l'épaisseur de la pellicule (figure 2.7). Les valeurs des paramètres b sont comprises entre 8.4 et 9.8 et sont donc toujours inférieures à 11.

Dans le cas de l'ajustement du seul paramètre a , les cinétiques simulées par le modèle CPF présentent un biais systématique par rapport aux cinétiques RDH. On remarque que ce biais diminue quand l'épaisseur de la pellicule augmente (figure 2.8). Tout se passe comme si le fonctionnement d'un système RDH se rapprochait du fonctionnement d'un système CPF quand l'épaisseur de la pellicule augmente.

2.4.2. Comparaison des résistivités

a. Ajustement de 1 paramètre

Nous nous sommes intéressés à l'évolution de la résistance ajustée par le modèle CPF en fonction de l'épaisseur de la pellicule. Les résistances étant proportionnelles aux termes $1/a$ ajustés pour toutes les épaisseurs lorsque b ne varie pas, nous avons étudié la relation entre

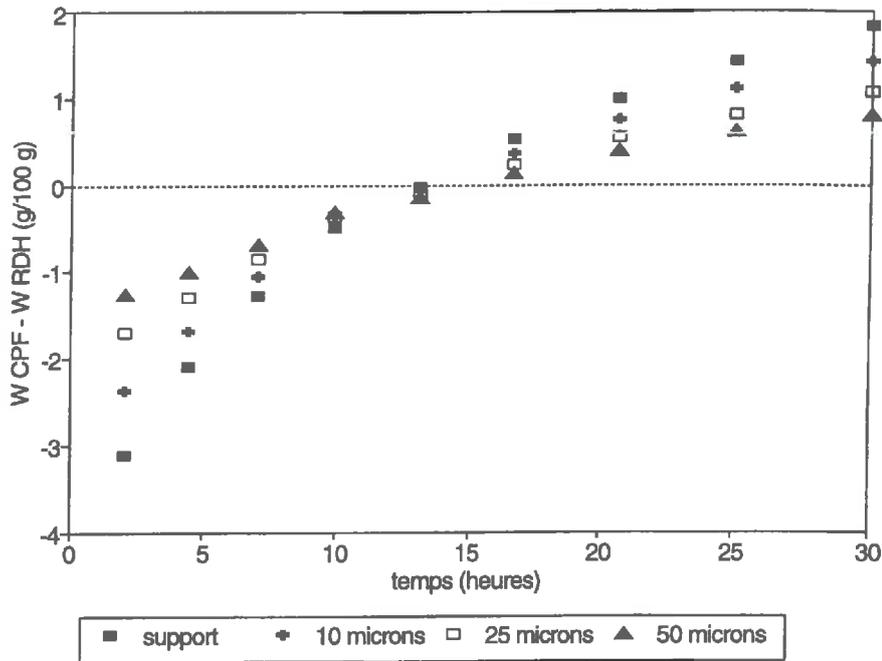


figure 2. 8 : Evolution au cours du temps des différences entre les humidités (ω_{CPF}) simulées par le modèle CPF après ajustement de 1 paramètre et les humidités (ω_{RDH}) simulées par le modèle RDH pour un système à résistance diffuse homogène (support) et pour des systèmes à résistance diffuse hétérogène dont les épaisseurs de pellicules sont comprises entre 10 et 50 μ m. Pour ces systèmes, la résistivité de la pellicule est 10 fois plus élevée que celle du support.

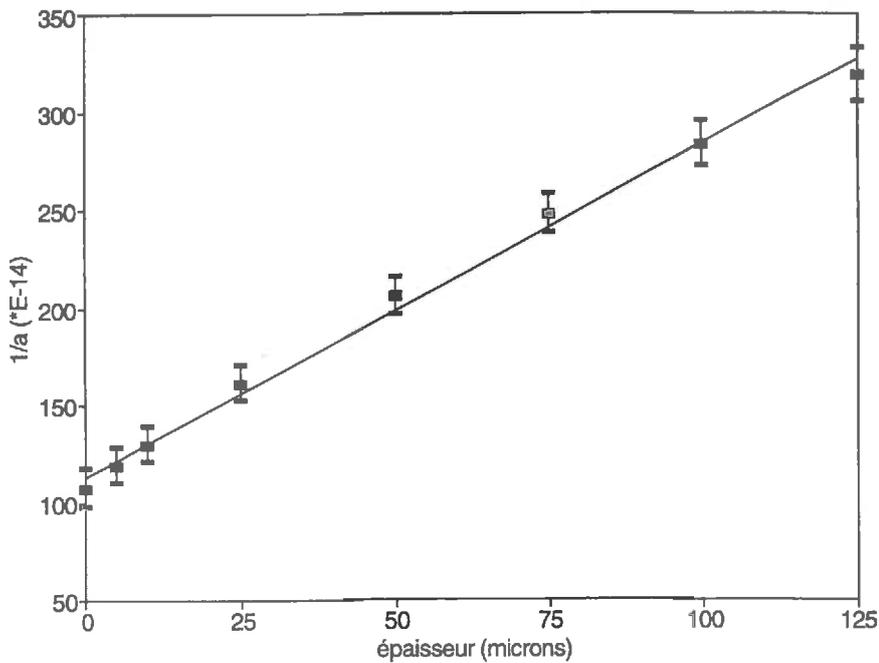


figure 2. 9 : Relation entre l'épaisseur des pellicules et le terme $1/a$ qui est proportionnel à la résistance ajustée par le modèle CPF sur des cinétiques d'imbibition simulées par le modèle RDH. Systèmes à résistance diffuse hétérogène.

l'épaisseur et $1/\alpha$. En première approximation, cette relation peut être assimilée à une droite, dont l'ordonnée à l'origine n'est pas significativement différente de la résistance du support isolé (figure 2.9). Ceci tend à prouver que toute augmentation observée entre la résistance CPF d'un support isolé et la résistance CPF du même support recouvert par une pellicule, est exclusivement liée aux propriétés conductrices de la pellicule. Dans le cadre de cette analyse, la pente de la droite de régression $\frac{\Delta(1/\alpha)}{\Delta e}$, avec e l'épaisseur de la pellicule, représente la résistivité R_{CPF} de la pellicule.

Les calculs effectués à partir des résultats des régressions linéaires $R'_{CPF} = f(e)$ montrent que la résistivité de la pellicule ajustée par le modèle CPF n'est pas équivalente à sa résistivité théorique R_{RDH} . Les rapports entre ces deux résistivités sont présentés dans le tableau 2.4.

	série A	série B	série C
$\frac{R_{CPF}(\omega)}{R_{RDH}(\omega)}$	0.34	0.35	0.35

Tableau 2. 4 : Rapport des résistivités CPF et RDH
Systèmes à résistance diffuse hétérogène

On note que ces valeurs sont égales aux valeurs calculées dans la partie 2.2, pour des systèmes à résistance principalement périphérique.

L'analyse du déterminisme de ce rapport n'est pas facile. En effet, si on fait l'hypothèse que la résistance de semences pelliculées (R'_{12}) est la somme des résistances respectives du support isolé (R'_1) et de la pellicule (R'_2), alors le calcul de la résistivité de la pellicule (R_2) pose le problème de l'estimation de ω_R , l'humidité à l'interface support-pellicule.

Lors de l'estimation de la résistivité de la pellicule à partir de la pente de la droite $R'_{CPF} = f(e)$, l'opération effectuée est la suivante :

$$R_2(\omega) = \frac{R'_{12}(\omega) - R'_1(\omega)}{e} \quad [19]$$

L'étude de la relation entre R_{CPF} / R_{RDH} et e , R_{CPF} étant calculée par la formule [19], permet de mettre en évidence des biais liés à l'approximation linéaire. On constate que la relation $R_{CPF} / R_{RDH} = f(e)$ est une fonction de type exponentiel décroissant, qui tend vers 0.35 pour des valeurs élevées de l'épaisseur (figure 2.10). Tout se passe comme si l'estimation de R_{CPF} était moins précise pour les épaisseurs les plus faibles.

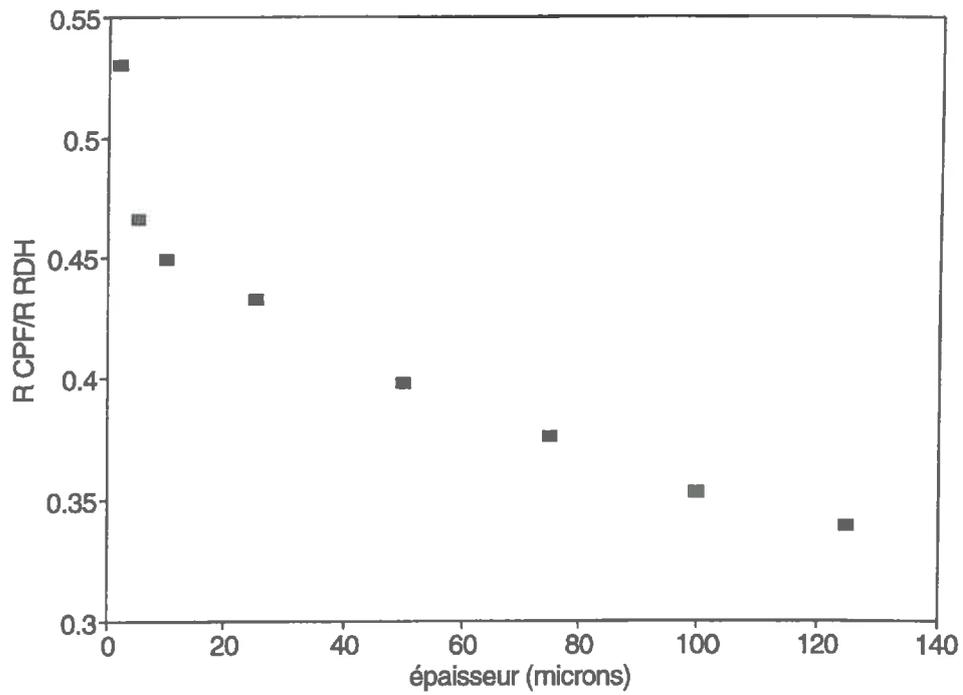


figure 2. 10 : Evolution du rapport des résistivités R_{CPF}/R_{RDH} avec l'épaisseur de la pellicule. Systèmes à résistance diffuse hétérogène de la série B. Nombre de paramètres ajustés par le modèle CPF : 1. R_{CPF} est calculé par la formule 20 ($R_{CPF} = R_2$).

Pour tester l'influence de la sensibilité à l'humidité de la conductivité de la pellicule sur le rapport R_{CPF} / R_{RDH} , nous avons généré une quatrième série de systèmes (série D), à partir d'un support dont la résistivité est différente de celle du support défini dans le paragraphe 2.1. Les conductivités des systèmes de la série D sont les suivantes :

$$\begin{aligned} \text{support :} & \quad K_{RDH}(\omega) = 0.10 \cdot 10^{-19} \cdot \exp(7.80 \cdot \omega) \\ \text{pellicules :} & \quad K_{RDH}(\omega) = 0.01 \cdot 10^{-19} \cdot \exp(7.80 \cdot \omega) \end{aligned}$$

Les propriétés d'absorption de ces systèmes sont identiques à celles des autres séries.

Dans cette configuration-là, et pour un ajustement de conductance K'_{CPF} avec $b=7.80$, on a :

$$\frac{R_{CPF}(\omega)}{R_{RDH}(\omega)} = 0.52$$

Si l'on admet que, comme pour les systèmes A, B et C, le rapport des résistivités CPF/RDH de systèmes à résistances hétérogènes est égal à celui de systèmes à résistance périphériques, d'après l'équation [16] on devrait avoir :

$$\frac{R_{CPF}(\omega)}{R_{RDH}(\omega)} = 0.56$$

Dans cette configuration, comme dans le cas des systèmes A, B et C, le rapport théorique sur-estime le rapport ajusté d'environ 10 %.

L'étude de quelques cas particuliers a montré que la diminution de la sensibilité à l'humidité de la conductivité des milieux entraîne une augmentation du rapport R_{CPF} / R_{RDH} . D'après l'équation [16], ce résultat est généralisable à tout type de systèmes.

b. Ajustement de 2 paramètres

Lorsque les paramètres de la conductance K'_{CPF} sont ajustés simultanément, la comparaison des résistivités CPF et RDH doit se faire à différentes humidités. Les figures 2.11 et 2.12 présentent les résultats obtenus pour différents systèmes des séries B et D.

L'interprétation du profil des courbes pose les mêmes problèmes que l'interprétation des rapports de résistivités définies dans la partie précédente. Nous noterons simplement que la

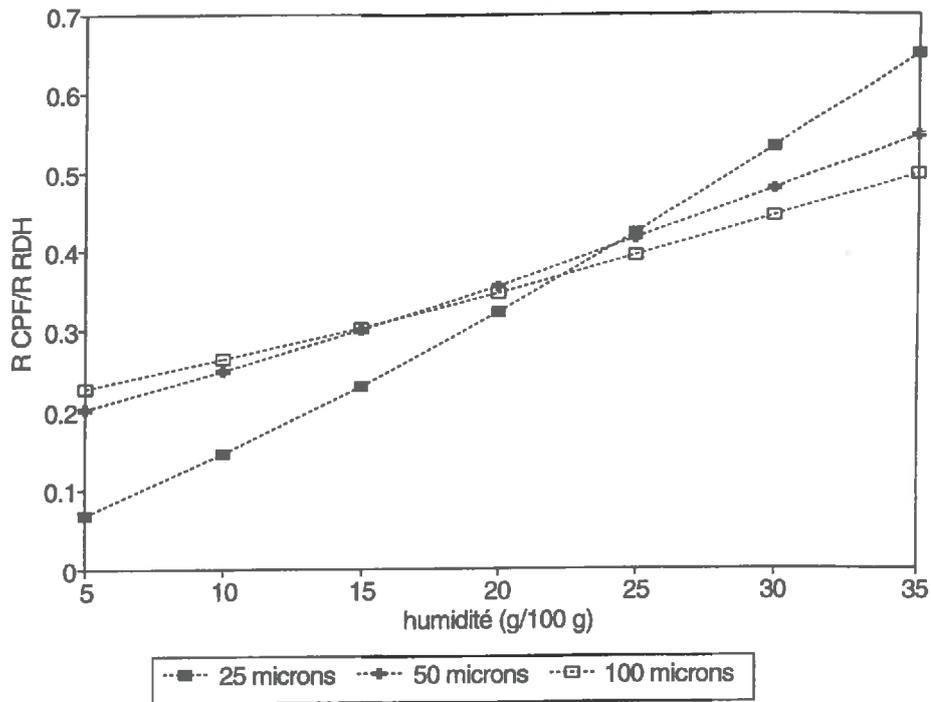


figure 2. 11 : Evolution des rapports R_{CPF}/R_{RDH} avec l'humidité moyenne des systèmes support-pellicule pour différentes épaisseurs de pellicule. Systèmes à résistance diffuse hétérogène de la série B. Nombre de paramètres ajustés par le modèle CPF : 2.

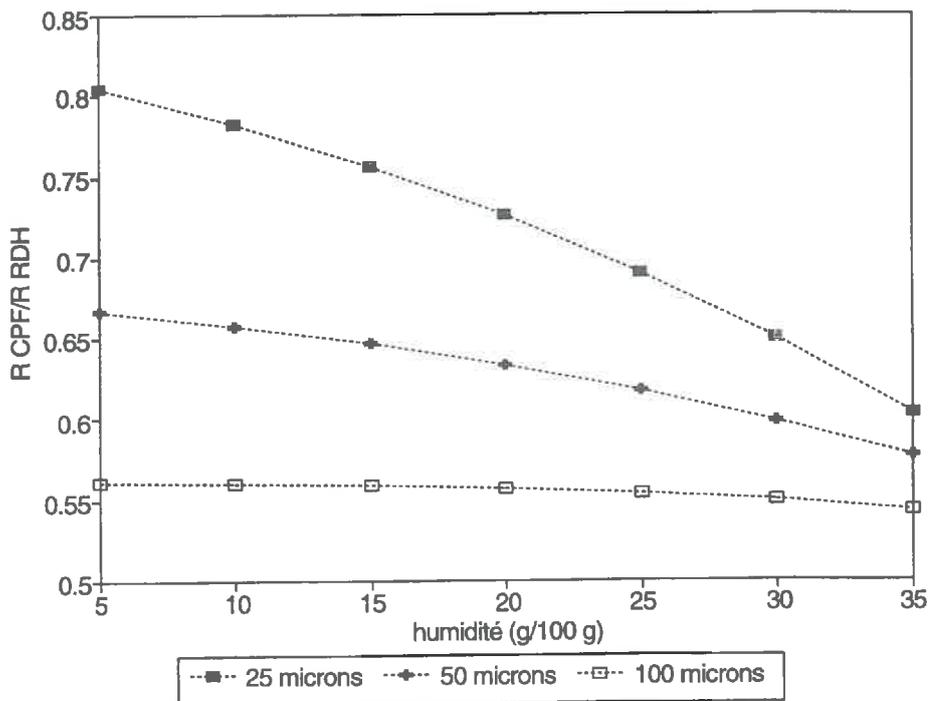


figure 2. 12 : Evolution des rapports R_{CPF}/R_{RDH} avec l'humidité moyenne des systèmes support-pellicule pour différentes épaisseurs de pellicule. Systèmes à résistance diffuse hétérogène de la série D. Nombre de paramètres ajustés par le modèle CPF : 2.

sensibilité du rapport des résistivités CPF/RDH diminue avec l'augmentation de l'épaisseur de la pellicule.

3. Extension des résultats à des systèmes support-pellicule présentant des propriétés d'absorption quelconques

Dans le paragraphe 2.3, nous avons montré qu'il existe une relation de proportionnalité entre la résistivité théorique d'une pellicule (R_{RDH}) et sa résistivité calculée après l'ajustement d'une conductance par le modèle CPF (R_{CPF}). Cette relation a été établie pour des systèmes où support et pellicule ont les mêmes propriétés d'absorption, mais elle peut être facilement étendue à des systèmes où support et pellicule présentent des propriétés d'absorption quelconques.

En effet, les calculs présentés dans le paragraphe 2.3 restent valables et la transformation de l'équation [15] pour tenir compte des discontinuités de l'humidité à l'interface semence-pellicule permet d'aboutir à l'équation recherchée. Pratiquement, nous différencions les termes relatifs aux différents milieux par les sous-indices suivants :

s : pour le support ;

p : pour la pellicule ;

sp : pour le support pelliculé ;

$sp-s$ et $sp-p$: pour les humidités aux l'interfaces support-pellicule, respectivement du côté de la semence et de la pellicule.

Dans ces conditions on a $\overline{\omega_s} = \omega_{sp-s}$ et $\omega_R = \omega_{sp-p}$. L'expression [15] devient :

$$K_{CPF}(\overline{\omega_s}) \cong -\frac{a_p \cdot d_p}{(b_p - d_p)} \cdot \exp(b_p \cdot \omega_{sp-p}) \quad [21]$$

Pour exprimer $K_{CPF}(\overline{\omega_s})$ en fonction de $\overline{\omega_s} (= \omega_{sp-s})$, il suffit d'établir la liaison entre ω_{sp-s} et ω_{sp-p} . Comme il y a égalité des potentiels à l'interface support-pellicule, on peut écrire l'égalité suivante :

$$\omega_{sp-p} = \frac{d_s}{d_p} \cdot \omega_{sp-s} + \frac{1}{d_p} \cdot \ln\left(\frac{c_p}{c_s}\right) \quad [22]$$

La combinaison des équations [21] et [22] aboutit à l'expression recherchée :

$$K_{CPF}(\overline{\omega_s}) \cong \frac{a_p \cdot d_p}{b_p - d_p} \cdot \left(\frac{c_p}{c_s} \right)^{\frac{b_p}{d_p}} \cdot \exp\left(b_p \cdot \frac{d_s}{d_p} \cdot \overline{\omega_s} \right) \quad [23]$$

Ces calculs montrent que lorsque les propriétés d'absorption du support et de la pellicule ne sont pas égales, les paramètres de la résistivité ajustée par le modèle CPF ne sont pas indépendants du support. A partir de l'expression [23] et de la connaissance des relations $\psi(\omega)$ du support et de la pellicule, il paraît possible de déterminer la résistivité $R_{RDH}(\omega)$ de la pellicule (extraction des termes a_p et b_p de l'équation).

Conclusion

Le modèle CPF permet de représenter avec une précision élevée l'imbibition de supports pelliculés ou non, indépendamment de la distribution spatiale des résistivités aux transferts d'eau. Vis-à-vis de notre premier objectif, ce résultat met en évidence que l'analyse des cinétiques d'imbibition de semences par un modèle ne permet pas d'accéder à une meilleure connaissance de la structure des semences vis-à-vis des transferts d'eau. Dans ce contexte, l'adéquation du modèle CPF pour la caractérisation de la résistance aux transferts d'eau des pellicules est surtout déterminée par l'existence de règles de passage simples entre les caractéristiques des semences pelliculées estimées par le modèle CPF et les caractéristiques réelles des pellicules.

Dans le cas de systèmes où les caractéristiques hydrodynamiques sont similaires pour le support et pour la pellicule, nous avons établi des correspondances entre les caractéristiques théoriques d'une pellicule (R_{RDH}) et les coefficients estimés par le modèle CPF pour des transferts d'eau en phase liquide.

Dans le cas de systèmes où la résistance de la pellicule est très importante par rapport à celle du support, nous avons montré que la résistance à l'imbibition du système support-pellicule estimée par le modèle CPF est indépendante des propriétés du support et peut être assimilée à la résistance de la pellicule. Comme elle est exprimée par rapport à l'humidité moyenne du support, cette résistance est égale à la résistance réelle de la pellicule à un coefficient de proportionnalité près. Par un calcul simplifié, on peut estimer ce coefficient avec une précision de l'ordre de 90%.

Ces conclusions peuvent être en partie étendues à des systèmes où la résistance du support n'est pas négligeable par rapport à celle de la pellicule. Pour ce deuxième type de systèmes, la

résistance estimée par le modèle CPF est la somme d'une résistance spécifique au support et de la résistance de la pellicule. La part de la résistance due à la pellicule peut s'estimer comme pour les systèmes à résistance périphérique. La qualité de cette estimation est néanmoins meilleure pour les épaisseurs les plus élevées.

Nos calculs semblent montrer que l'ensemble de ces résultats peuvent être étendus à des imbibitions en phase gazeuse, ainsi qu'à des systèmes où support et pellicule ne présentent pas les mêmes propriétés d'absorption. Dans ce deuxième cas, des corrections sont introduites pour tenir compte des discontinuités de teneur en eau à l'interface support-pellicule. Les différents paramètres caractérisant la pellicule et son support sont reliés par l'intermédiaire d'une équation relativement simple, qui laisse entrevoir des possibilités d'extrapolation des résultats obtenus grâce au modèle CPF pour prévoir l'effet d'une pellicule sur un autre support. Ces résultats mériteraient d'être étudiés par des simulations pour préciser leur domaine de validité. Ils pourraient également être étendus à des systèmes support-pellicule présentant des propriétés hydrodynamiques quelconques (notamment différentes sensibilités des résistivités à l'humidité).

D'un point de vue plus pragmatique, nous retiendrons surtout que l'estimation des propriétés de transferts d'une pellicule par le modèle CPF est d'autant meilleure que sa résistivité est différente de celle du support sur laquelle elle est appliquée et que son épaisseur est importante.

La précision des estimations de résistances des pellicules par le modèle CPF sera donc conditionnée par l'épaisseur des pellicules et par l'importance de leurs effets sur les transferts d'eau vers les semences. Elle sera également fonction des possibilités de détermination des propriétés d'absorption des pellicules. Pour nous placer dans les conditions les plus favorables, nous avons étudié l'effet de pellicules appliquées à différentes épaisseurs. Par ailleurs, l'une des pellicules a été appliquée sur un support dont la résistivité aux transferts d'eau est très inférieure à celle des semences de maïs.

CHAPITRE 3

Matériels et méthodes expérimentales

Introduction

Dans ce chapitre, nous présentons l'ensemble des protocoles expérimentaux utilisés dans cette thèse. Le travail expérimental visait d'une part à caractériser l'effet des pellicules indépendamment de toute matière active en terme d'avance ou de retard à l'imbibition. Il visait par ailleurs à estimer les propriétés des pellicules jouant sur ces imbibitions. Pratiquement, ces propriétés concernaient :

- la mouillabilité des pellicules ;
- leur rétention en eau en fonction du potentiel hydrique ;
- leur conductivité hydrique en phase liquide et leur coefficient de diffusion en phase gazeuse en fonction de leur teneur en eau.

A ces caractéristiques, il faut bien sûr rajouter la stabilité mécanique des pellicules au cours de l'imbibition.

Si la mouillabilité des pellicules et leurs propriétés de rétention pouvaient être mesurées directement, les caractéristiques de transfert ne pouvaient être estimées qu'à partir de cinétiques d'imbibition analysées par les modèles précédemment décrits (chapitre 2). Les cinétiques d'imbibition se faisant à des vitesses très variables entre semences, elles devaient être analysées en terme de comportement moyen et en terme de variabilité autour de ce comportement. L'importance des pellicules comme source supplémentaire ou comme facteur de réduction de la variabilité devait être par ailleurs étudié.

Ce travail nécessitait une caractérisation préliminaire des matériaux utilisés dans ce travail. Il s'agissait d'une part de caractériser la géométrie des systèmes étudiés et plus précisément :

- la surface et le volume des supports utilisés pour les cinétiques d'imbibition (semences et billes de silice). L'humidité des semences pouvait modifier ces valeurs ;
- les épaisseurs des pellicules à la périphérie de ces supports.

Il s'agissait par ailleurs de caractériser les propriétés de rétention en eau des supports et leur mouillabilité.

Ce travail nécessitait aussi le suivi de cinétiques d'imbibition de supports traités par différentes doses de pellicules afin de pouvoir estimer le poids des effets résistifs et des effets de mouillabilité de la pellicule par rapport aux effets résistifs de la semence et, éventuellement, à d'autres effets. L'utilisation simultanée de plusieurs supports pouvait nous permettre de tester expérimentalement notre aptitude à passer de ces cinétiques aux caractéristiques hydrodynamiques intrinsèques des pellicules.

Dans le cadre de ce travail, nous avons complété l'analyse de l'imbibition par une étude succincte de la germination de semences.

1. Matériels

1.1. Semences

L'espèce étudiée est le maïs (*Zea mays* L.). Les semences, de la variété Dea, ont été fournies par la société Pioneer France Maïs.

Pour réduire au minimum la variabilité d'origine physiologique des semences, les semences sont issues du même lot. Pour assurer la stabilité du matériel végétal au cours du temps, les semences sont conservées à 5°C à l'usine, et/ou à température ambiante dans le laboratoire. Pour homogénéiser les humidités initiales des semences, elles sont placées au dessus de solutions saturées à 55% d'humidité relative ($\psi = -80$ MPa) pendant les 15 derniers jours précédant leur utilisation.

1.2. Les pellicules

Les pellicules dont nous voulions étudier les effets sur la germination des semences de maïs ont été fournies et appliquées sur les semences par les sociétés Ceres et Seppic. Elles ont été choisies pour leurs propriétés contrastées déjà mises en évidence par Frem (1992). Nous ne connaissons pas la composition chimique de ces pellicules pour des raisons de protection des entreprises. A priori, elles ne contiennent pas de matières actives. Ces pellicules sont nommées A, B et C. Elles ont été appliquées à cinq doses multiples d'une dose standard appelée N

(tableau 3.1), de façon à pouvoir préciser la nature de la relation existant entre l'effet de la pellicule et la dose appliquée.

pellicule	doses
A	0.5N, 0.75N, N, 1.5N, 2N
B	0.5N, N, 2N, 3N, 4N
C	0.5N, N, 1.5N, 2N, 2.5N

tableau 3. 1 : Doses auxquelles les pellicules A, B et C ont été appliquées sur les semences

1.3. Les autres supports des pellicules : billes de verre et billes de silice

Pour les raisons développées précédemment (chapitre 2), l'étude des effets des pellicules sur les transferts d'eau n'a pas été uniquement basée sur les analyses des cinétiques d'imbibition de semences pelliculées, mais également sur l'analyse du comportement de billes de silice pelliculées.

Les billes de silice, de type "SILICA SPH 540 (EXP)" sont commercialisées par Rhône-Poulenc Chimie. Elles ont été choisies pour leur espace poral, qui garantit des succions et des vitesses d'imbibition élevées. Leurs rayons sont compris entre 5 et 6 mm. Pour des raisons technologiques, les billes n'ont pu être pelliculées qu'avec la pellicule B. Les doses appliquées sont identiques aux doses appliquées sur semences, soit 0.5N, N, 2N, 3N, 4N.

Les pellicules B et C ont également été appliquées sur des billes de verre, préalablement dépolies. Les rayons des billes de verre sont compris entre 5 et 6 mm. Ces applications ont été réalisées de façon à pouvoir caractériser les propriétés d'absorption des pellicules. tout en minimisant les différences de structures entre les pellicules isolées, et les pellicules des semences.

1.4. Les milieux d'imbibition

Nous cherchons à étudier l'influence des pellicules sur les transferts d'eau en phase gazeuse, et en phase liquide. Pour réaliser des transferts d'eau en phase liquide à travers des pellicules, nous avons utilisé deux types de milieux : un sol remanié et un milieu gelosé préparé à base de laponite.

Le sol que nous avons choisi provient de l'horizon de surface (0-30 cm) d'un sol cultivé en céréales. Il est classé comme luvisol-redoxique (classification FAO) et a été prélevé à Citeaux (France, 21). Il contient 20% d'argile, 20 % de sable, et 60% de limons. Ce sol a été tamisé, et nous n'avons conservé que les agrégats de 2 à 3 mm de diamètre.

La laponite est une argile de synthèse (hectorite) ; elle se présente sous forme d'une poudre blanche très fine, qui ajoutée à de l'eau à température ambiante donne un milieu de type gélose. Ce milieu contient de l'eau à un potentiel proche de celui de l'eau libre, et sa texture permet de maintenir la pellicule B autour de la semence. La pellicule C se dissout et diffuse dans la laponite. Ses propriétés de transferts d'eau en phase liquide doivent être étudiées dans du sol.

2. Caractérisation préliminaire des matériels

2.1. Caractéristiques morphologiques

2.1.1. Semences et billes de silice

a. Le poids sec

Nous voulons caractériser la variabilité des poids secs du lot de semences et des billes de silice, de façon à pouvoir interpréter de manière plus fine certains résultats ultérieurs. Pour les semences, la connaissance de la distribution des poids secs permet notamment d'étudier le déterminisme de la variabilité des vitesses d'imbibition entre semences.

Les mesures ont été réalisées sur des échantillons de 100 semences. Le poids sec est déterminé après déshydratation des semences dans une étuve à 105°C pendant 24 h. Les semences sont refroidies dans des dessiccateurs contenant du silicagel pendant 15 minutes au minimum, puis sont pesées avec une balance Mettler AT20. La reproductibilité de la mesure est de $3 \cdot 10^{-6}$ g. Nous avons calculé le poids sec moyen et sa variance. La distribution des poids secs a été comparée à des distributions normales.

Nous avons déterminé les poids secs de 112 billes de silice. Le protocole expérimental et l'analyse des données sont identiques à ceux que nous venons de décrire pour les semences.

b. La surface

i. Semences

Si l'on admet comme Bruckler (1983) que les semences de maïs ne présentent pas de voies d'entrées d'eau préférentielles marquées, leur vitesse d'imbibition dépend a priori de leur surface externe totale. En vue d'analyser des données relatives à des transferts d'eau, nous avons mesuré la surface externe de 25 semences.

A l'exception des semences dont la forme se rapproche de celle d'une sphère, il n'existe pas de technique simple de détermination de la surface des semences. Nous avons développé le protocole décrit ci-dessous.

Les semences sont recouvertes d'un vernis opaque constitué d'une pellicule plastique transparente qui se détache aisément de la semence, puis sont plongées dans de la peinture acrylique noire. Le vernis ainsi noirci est séché, puis découpé, décollé de la semence, étalé sur un carton blanc et maintenu à plat par une plaque de verre.

L'image en noir et blanc, obtenue grâce à une caméra, est digitalisée puis traitée par un analyseur d'images (logiciel visilog). L'étalonnage préalable de l'appareil permet de traduire un nombre de pixels sélectionnés (seuillage) en terme de surface (le pixel est la plus petite surface individualisée composant l'image). La mesure de la surface de la semence se fait donc par le calcul de l'aire de sa pellicule.

La précision de la détermination de la surface des semences par ce protocole peut être limitée par un étirement et/ou un étalement imparfait de la pellicule, et par la précision du seuillage.

ii. Billes de silice

Nous assimilons les billes de silice à des sphères parfaites et ne faisons donc pas d'étude spécifique de leur surface. De même, nous ne déterminerons pas leur volume, et n'étudierons pas les relations surface-volume.

c. Le volume

La détermination de la surface des semences étant fastidieuse, nous avons recherché le moyen d'estimer sa valeur à partir de la mesure du volume des semences.

Des mesures de volume ont été réalisées sur les 25 semences, dont nous avons préalablement déterminé la surface.

La géométrie des semences évoluant au cours de l'imbibition avec leur gonflement, nous avons également mesuré les volumes de semences à différents degrés d'hydratation. Ces mesures ont concerné 17 lots de 20 semences imbibées en phase gazeuse (pour le protocole, voir plus loin). Les durées d'imbibition variaient de 3 à 120 heures ; elles ont permis de couvrir toute la gamme d'humidités rencontrées au cours des cinétiques.

La méthode choisie pour calculer le volume apparent des semences est l'immersion dans le pétrole (figure 3. 1).

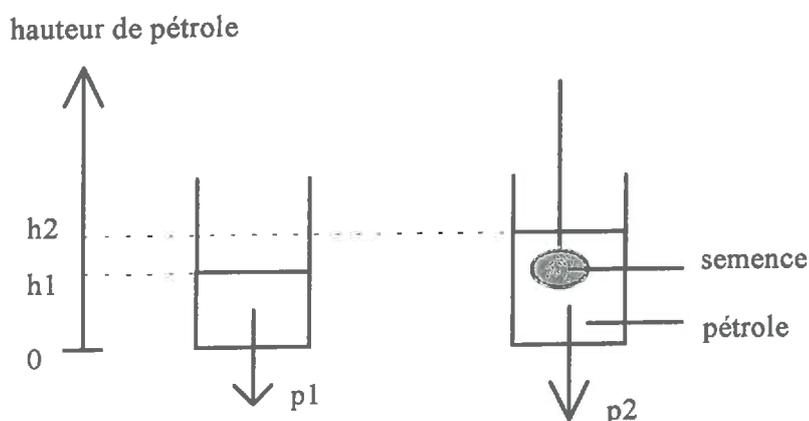


figure 3. 1 : Détermination du volume des semences par immersion dans le pétrole
p, h : poids et hauteur de pétrole

L'augmentation de poids constatée, $p_2 - p_1$, est indépendante de la densité de l'objet immergé, puisque celui-ci est maintenu par un fil. Elle est due uniquement au volume de pétrole déplacé, et donc au volume du corps immergé. La loi fondamentale de l'hydrostatique appliquée à ce système en équilibre nous permet d'écrire :

$$v_s = \frac{(m_2 - m_1)}{\mu}$$

- avec
- v_s : volume de la semence (m^3) ;
 - μ : masse volumique du pétrole ($kg \cdot m^{-3}$) ;
 - m : masse de pétrole (kg) ;
 - les indices 1 et 2 sont respectivement relatifs aux états du système avant et après immersion.

Pour ces déterminations, nous utilisons une balance mécanique de type Mettler B4C 1000. La précision de la mesure est $10 \cdot 10^{-3}$ g.

Pour répondre à nos objectifs, l'analyse des données s'est faite dans trois directions. D'une part, nous avons étudié la nature de la relation qui lie surface et volume. Nous avons d'autre part étudié l'évolution du volume moyen des semences au cours de l'imbibition. Enfin, nous avons cherché à relier le volume d'une semence à son poids sec et à sa teneur en eau.

Le degré de corrélation entre les différentes variables étudiées dépend en partie de la précision de la mesure du volume. Les semences étant préalablement saturées dans le pétrole, leur volume peut être surestimé si elles gonflent sous l'effet d'une absorption de pétrole ou si le réessuyage du pétrole dans les parties concaves des semences (avant immersion) n'est pas parfait.

2.1.2. Les pellicules

a. Poids sec

i. Pellicules appliquées sur semences

Les calculs d'humidité de semences imbibées en phase liquide rendent nécessaires la détermination du poids sec des pellicules. Elle permet également d'évaluer l'homogénéité des applications, d'étudier la répartition de la matière sèche en fonction de la taille des semences, ainsi que l'évolution de la précision des traitements avec l'augmentation de la dose.

Les déterminations ont porté sur des échantillons de 15 semences par dose pour les pellicules A et C, et de 25 semences, ou plus, pour la pellicule B.

La détermination du poids sec des pellicules a été faite selon deux protocoles différents selon les propriétés des pellicules.

Pour les pellicules B et C, les semences pelliculées sont pesées après un premier passage de 24 heures dans une étuve à 105 °C. Les semences sont ensuite dépelliculées par voies mécanique et humide. (Après son passage à l'étuve, la pellicule B est très friable, et se détache aisément de la semence ; la semence est nettoyée grâce à une mousseline humide. La pellicule C n'est pas affectée de la même façon par le séchage, qui semble au contraire la durcir ; elle est détachée de la semence après dissolution partielle dans l'eau.) Pour retrouver leur niveau d'humidité initial, les semences subissent un second passage à l'étuve (24 heures à 105 °C). Le poids sec des pellicules est calculé par différence entre le poids sec des semences pelliculées et le poids sec des semences dé-pelliculées.

Le poids sec de la pellicule A ne peut être déterminé selon le protocole précédent car, pour cette pellicule qui a des propriétés plastiques, les relations semence-pellicule sont profondément modifiées par le passage à l'étuve et la pellicule ne peut plus être détachée de la semence. Nous déterminons donc le poids des pellicules à l'humidité de conservation. Le protocole consiste à déterminer le poids frais initial des semences pelliculées, avant de dépelliculer les semences (la pellicule se détache aisément à partir de petites entailles réalisées à l'ongle ou au cutter). Le poids des pellicules peut être obtenu directement par la mesure, ou par différence entre le poids frais des semences pelliculées et le poids frais des semences dépelliculées.

Nous avons calculé les poids moyens des pellicules et leur variance de façon à pouvoir étudier les relations entre doses nominales et poids de pellicule appliqué. Pour estimer et comprendre la variabilité de la quantité de pellicule appliquée au sein des échantillons, nous avons étudié les relations entre les poids de pellicules et les poids de semences.

ii. Pellicules appliquées sur billes de silice

Les interactions billes-pellicule étant différentes des interactions semences-pellicule, la détermination du poids sec de pellicule ne peut se faire selon protocole décrit en 1.2.1.a..

Les poids secs moyens de billes de silice pelliculées ont été calculés pour chaque dose de manière indirecte à partir des poids frais moyens de 12 échantillons de 20 billes de silice pelliculées. Les poids frais de pellicules sont estimés à partir de ces données par différence entre le poids moyen des billes pelliculées et le poids moyen de billes non-traitées. Les poids secs des pellicules sont calculés en supposant que l'humidité des pellicules est égale à l'humidité des billes pelliculées, soit à 3,95 %.

Dans ces conditions, nous ne pouvons pas faire d'étude de la variabilité des poids de pellicules au sein d'un échantillon.

b. Epaisseur

Les mesures du poids sec de pellicules nous renseignent sur la quantité totale de matière sèche appliquée par semence ou par bille de silice, mais elles ne permettent pas d'apprécier l'homogénéité de la répartition des pellicules à la surface de ces deux supports. Les mesures d'épaisseur des pellicules sont donc complémentaires des déterminations décrites précédemment.

Les déterminations d'épaisseurs sont réalisées sur des coupes de semences et de billes pelliculées observées avec un Microscope Electronique à Balayage (M.E.B.). Ce M.E.B. de type Philips XL30 est situé à la station de Pathologie Végétale de L'INRA d'Avignon. Le nombre de déterminations pour les semences pelliculées est situé entre 10 et 40. Ces déterminations ont été effectuées sur 2 à 4 semences.

Pour les billes de silice pelliculées aux doses 2N, 3N et 4N, les observations ont été réalisées sur 5 billes par dose, à raison de 3 clichés par billes. Sur ces clichés, on mesure l'épaisseur de la pellicule au niveau de 2 points opposés. L'épaisseur moyenne de la pellicule est calculée à partir des 30 mesures ainsi réalisées.

La qualité des données dépend de la précision des mesures d'épaisseurs, qui est principalement fonction du grossissement de la photographie et de l'orientation (perpendiculaire ou non) des portions de semences par rapport à l'axe d'observation. Les coupes ayant été réalisées au cutter sans précautions particulières, les conditions de perpendicularité peuvent ne pas être respectées sur l'ensemble du contour des semences. Les différentes mesures ne sont donc pas effectuées avec une précision égale.

2.2. Propriétés d'absorption

a. Semences, billes de silice

L'utilisation des lois physiques qui régissent les écoulements pour analyser les transferts d'eau vers les semences et les billes de silice, nous amène à caractériser ces deux supports par une fonction $\psi(\omega)$, ψ étant leur potentiel hydrique, et ω leur humidité pondérale rapportée au poids sec.

Ces fonctions ont été déterminé sur des échantillons composés de 16 semences ou billes de silice.

Principe de la mesure

Les mesures du potentiel sont effectuées en plaçant les semences en équilibre avec des phases gazeuses d'humidités relatives $\left(\frac{P}{P_0}\right)$ connues. Ces humidités relatives sont maintenues constantes par des solutions de sels saturées (tableau 3. 2).

Solutions salines	humidité relative (%) à T=20°C	potentiel (MPa)	Solubilité (%) à T=20°C
Acétate de potassium $C_2H_3KO_2$	22	-209,0	200
Chlorure de magnésium $MgCl_2$	33	-153,0	40
Carbonate de potassium K_2CO_3	44	-113,3	52
Nitrate de magnésium $Mg(NO_3)_2$	55	-82,5	43
Chlorure de sodium $NaCl$	76	-37,9	36
Chlorure de potassium KCl	86	-20,8	37
Nitrate de potassium K_2NO	93	-10,2	31

tableau 3. 2 : Solutions salines utilisées pour déterminer les propriétés d'absorption des différents matériels étudiés

Dispositif expérimental

Les semences sont placées sur des portoirs constitués d'une plaque de PVC perforée permettant d'individualiser les semences. Ces portoirs sont posés au dessus d'un flacon contenant une solution de sel saturée. L'ensemble est enfermé dans un bocal hermétiquement clos (système de fermeture des conserves en bocaux), puis lesté grâce à de la grenaille de plomb et placé au fond d'un bac couvert et rempli d'eau de façon à amortir toute variation de température affectant l'atmosphère du laboratoire.

Nous préparons un bocal par humidité relative. A l'intérieur de chaque bocal, les 16 éléments sont répartis sur deux portoirs superposés. Etant donné les risques de contamination à 93 % d'humidité relative, les semences ont été traitées par poudrage au TMTD, à raison de $3 \text{ g} \cdot \text{kg}^{-1}$.

Nous suivons à intervalles de temps réguliers les cinétiques d'équilibration des semences et billes de silice. Nous supposons que ces corps sont en équilibre avec l'humidité relative de l'atmosphère lorsque leurs variations de poids ne dépassent pas les seuils critiques de $0.25 \cdot 10^{-3} \text{ g}$ pour les semences et de $0.15 \cdot 10^{-3}$ pour les billes de silice. Ces seuils correspondent à des variations d'humidité d'environ 0.1 et 0.17 %.

Les durées d'équilibration sont d'environ 5 mois pour les semences, et de 15 jours pour les billes de silice.

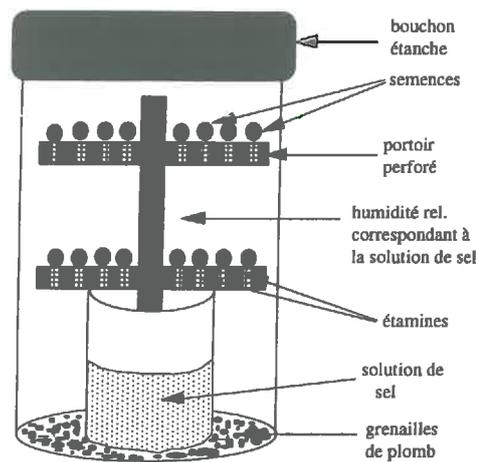


figure 3. 2 : Dispositif expérimental pour déterminer les propriétés d'absorption des différents matériels étudiés, dans la gamme $[-209 ; -10]$ MPa.

Analyse des résultats

Nous avons ajusté des fonctions analytiques sur les courbes $\psi(\omega)$. Ces ajustements sont réalisés par la méthode de Bard (Bard, 1974). A l'issue de quelques tests préliminaires les formules analytiques sont choisies en fonction de leur performances lors de l'ajustement de paramètres.

Critiques et limites de la méthode

La relation $\psi(\omega)$ étant une fonction hystérétique pour le blé (Becker, 1959), la construction de cette relation pour le maïs aurait dû se faire pour une variation monotone et croissante de l'humidité. Dans notre cas, on a une humectation pour les potentiels les plus élevés, mais un dessèchement pour les potentiels les plus faibles (en valeur absolue).

Cette méthode ne permet pas de construire la relation $\psi(\omega)$ aux plus faibles valeurs absolues de potentiel, car l'humidité relative des atmosphères est particulièrement sensible aux variations de température dans ce domaine. De manière plus générale, la qualité de la mesure de ψ est liée à la qualité de la régulation de la température.

Enfin, nous noterons que cette méthode ne tient pas compte de l'hétérogénéité de la semence qui est composée de trois unités distinctes : tégument, embryon, réserves. Pour une valeur de

ψ , nous ne définissons qu'une valeur moyenne ω caractéristique de l'ensemble du volume séminal.

b. Pellicules

De même que nous avons déterminé les courbes $\psi(\omega)$ pour les semences et les billes de silice, nous avons étudié les propriétés d'absorption des pellicules B et C appliquées sur billes de verre. Le dispositif expérimental est en partie le même (voir partie a), mais pour la pellicule B, nous avons complété la gamme de potentiels pour lesquels on détermine $\psi(\omega)$ en utilisant des presses Richard. Pour les équilibres au dessus de solutions saturées, le plan d'expérience est le même que celui décrit en a. Pour les équilibres réalisés dans les presses Richard, les relations $\psi(\omega)$ ont été établies à partir de 3 répétitions par valeur et couvrent une gamme de potentiels comprise entre -0.03 et -0.5 MPa.

Principe de la méthode des presses Richard

Les mesures de potentiel sont effectuées en posant des billes de verre pelliculées préalablement saturées en eau sur des plaques de céramique poreuses ; l'ensemble, plaque et billes de verre pelliculées, est placé dans des presses Richard, où il est soumis à des pressions pneumatiques égales au potentiel hydrique recherché. Sous l'effet de la pression, l'eau excédentaire s'écoule à travers la plaque de céramique, s'accumule dans une poche de caoutchouc et/ou est évacuée vers l'extérieur de la presse (figure 3. 3). Lorsque l'équilibre est atteint, l'humidité de chaque bille correspond au potentiel imposé.

Le dépelliculage des billes de verre est réalisé par immersion plus ou moins prolongée dans de l'eau ; les pellicules partiellement dissoutes et/ou fissurées sont alors facilement "décapées", et les billes de verre ainsi dégagées sont séchées à l'étuve.

Protocole

Avant d'être placées dans les presses Richard, les pellicules ont été saturées en eau pendant 12 jours environ. Les plaques de céramiques sur lesquelles les billes de verre pelliculées sont posées sont également saturées en eau. La quantité d'eau apportée par plaque est de 300 ml. Au sein des presses Richard, la durée d'équilibration de l'humidité des pellicules est de 48 heures.

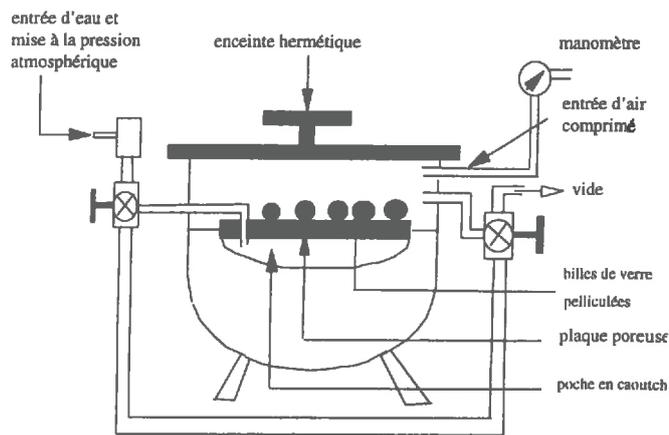


figure 3. 3 : Coupe schématique d'une presse Richard

Critiques et limites de la méthode

La relation $\psi(\omega)$ de la pellicule B pouvant être une fonction hystérétique, sa détermination aurait dû se faire pour des variations monotones de l'humidité. Dans notre cas et pour les potentiels les plus élevés, on a une humectation au dessus de solutions saturées, mais une dessiccation au sein des presses Richard.

c. Sol

Pour déterminer l'état hydrique du sol dans lequel on veut suivre les cinétiques d'imbibition des semences, on a réalisé une courbe $\psi(\omega)$ des agrégats de sol avec presse Richard et sur table de succion. Le principe de la méthode des tables de succion est très proche de celui des presses Richard. Après saturation du sol sur la table de succion, on impose une baisse du niveau du réservoir d'eau (dépression) égale au potentiel recherché.

Les relations $\psi(\omega)$ ont été établies à partir de 3 répétitions, et couvrent une gamme de potentiels comprise entre $-0,1$ et $-0,001$ MPa.

2.3. Mouillabilité à l'eau et au mercure

Les propriétés de surface des semences et des pellicules sont susceptibles d'avoir une influence non-négligeable sur l'intensité des échanges entre les semences et leur environnement. Il est de

ce fait intéressant de mesurer la mouillabilité des semences et des pellicules à l'eau. D'autre part, il est nécessaire de connaître la mouillabilité des pellicules au mercure pour analyser les données de porosimétrie que nous présenterons dans le paragraphe suivant.

a. Mouillabilité des semences

Définition

Pour une surface et un liquide stables donnés, la mouillabilité est l'aptitude du liquide à s'étaler sur la surface (Jouany *et al.*, 1992). En ce qui concerne l'eau, on dit qu'une surface est hydrophobe lorsqu'une goutte d'eau ne s'étale pas (figure 3. 4 a) ; elle a une énergie de liaison faible avec l'eau. Dans le cas contraire, lorsque la goutte s'étale (figure 3. 4 b), la surface est hydrophile.

Détermination expérimentale

Nous avons étudié la mouillabilité des semences de maïs en mesurant la valeur de l'angle de raccordement solide-liquide, lorsqu'une goutte d'eau est appliquée à la surface des semences. Les mesures sont faites avec un banc optique équipé d'un goniomètre (Chassinat *et al.*, 1986, réf. in Jouany *et al.*, 1992). L'appareil est situé à l'Unité de Science du Sol de l'INRA de Versailles ; c'est un RaméHart télégoniomètre. La précision des mesures est de $\pm 2^\circ$. Les surfaces doivent être planes et présenter une rugosité faible et identique entre elles pour que leurs propriétés puissent être comparées.

Nous avons déterminé la mouillabilité moyenne des téguments à partir de mesures effectuées sur 25 semences. Pour pouvoir présenter des surfaces planes aux gouttes d'eau, nous avons joué sur le choix des semences, et sur leur orientation. Nous avons utilisé des gommes souples et adhérentes pour caler les semences dans des positions favorables.

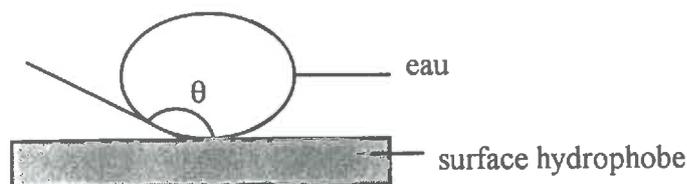


figure 3. 4 a : Comportement d'une goutte d'eau sur une surface hydrophobe

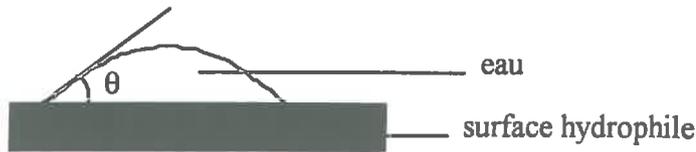


figure 3. 4 b : Comportement d'une goutte d'eau sur une surface hydrophile

b. Mouillabilité des pellicules

Les mesures ont été réalisées à une époque où nous ne disposions pas encore de tous les traitements. Elles concernent donc uniquement la dose 2N pour la pellicule A, les doses N et 4N pour la pellicule B, et les doses N et 2.5N pour la pellicule C. Chaque traitement étudié a fait l'objet de 20 mesures.

L'angle de contact mercure-pellicule a été déterminé sur des semences pelliculées par la même technique que celle précédemment présentée pour la mouillabilité à l'eau.

2.4. Porosité des pellicules

Les propriétés de transfert des pellicules étant liées à leur structure, il est intéressant d'analyser leur effet sur l'imbibition et la germination à la lumière de données concernant la porosité des systèmes. La technique choisie est la porosimétrie au mercure, qui consiste à faire pénétrer du mercure dans le système à étudier sous l'effet de pressions croissantes, et à relier les quantités intrudées à un diamètre de pores équivalents, par l'intermédiaire de la pression appliquée et de la loi de Jurin :

$$d = \frac{4\gamma \cos \theta}{P_{\text{Hg}}}$$

avec d : diamètre de pore équivalent ;
 γ : tension superficielle du mercure ;
 θ : angle de contact mercure - pellicule ;
 P_{Hg} : pression d'entrée du mercure.

L'appareil utilisé est un porosimètre 9300 COULTRONICS (Fies, 1984).

Pour effectuer ces déterminations, les pellicules sont appliquées sur des billes de verre. En effet, le choix d'un support sphérique permet d'obtenir une structure proche de celle des pellicules appliquées sur les semences, et le caractère non-poreux des billes de verre permet d'attribuer toute absorption de mercure par le système à la porosité de la pellicule. Pour éviter

les effets de bord (Renault, 1988), et pour augmenter la précision des mesures, nous avons travaillé sur des épaisseurs importantes de pellicules (1 mm au moins). Les quantités de pellicules analysées dépendent des tailles respectives des billes de verre pelliculées et de la cellule du porosimètre. Pour des raisons technologiques, le pelliculage de billes de verre n'a pas pu être réalisé avec le polymère A ; les résultats de porosimétrie concerneront donc uniquement les pellicules B et C.

On déterminera la porosité totale et la distribution des tailles des pores des pellicules grâce à cette méthode. Toutefois, étant donné la surestimation fréquente des petits pores par rapport aux gros (du fait des emboitements de pores), et compte tenu des limites de l'appareil qui ne peut détecter des diamètres inférieurs à 6 nanomètres (le volume total n'est donc pas toujours bien estimé), ces déterminations ne feront pas l'objet d'analyses poussées.

2.5. Stabilité mécanique

a. Semences

Nous avons étudié l'évolution de la structure des pellicules au cours des cinétiques d'imbibition. En phase gazeuse, les pellicules s'étirent ou se fissurent sous l'effet du gonflement des semences. En phase liquide, il peut également y avoir dissolution ou gélification de la pellicule. Pour les imbibitions en phase liquide, les phénomènes sont très rapides, de l'ordre de la minute et leur observation ne nécessite donc pas la mise en place de dispositifs particuliers.

Pour les imbibitions en phase gazeuse, les évolutions sont plus progressives; nous avons donc observé à la loupe binoculaire des surfaces de semences pelliculées à intervalles de temps croissants pendant plus de 72 heures.

b. Billes de silice

La pellicule B ne se fissure pas au cours de l'imbibition des billes de silice.

3. Cinétiques d'imbibition

La présence de pellicules à l'interface entre les semences et leur environnement pouvant agir comme une barrière aux transferts d'eau, nous avons comparé les cinétiques d'imbibition de

semences pelliculées avec les cinétiques d'imbibition de semences non-traitées, pour différentes conditions d'imbibition. Des expériences ont également été réalisées avec des billes de silice pelliculées. En effet les billes de silice s'imbibent très rapidement et constituent un support neutre parfaitement connu. Elles permettent donc de mesurer l'effet des pellicules indépendamment des semences de maïs.

L'humidité pondérale est exprimée par rapport au poids sec des semences pelliculées pour les imbibitions en phase gazeuse, et par rapport au poids sec des semences non-traitées pour les imbibitions en phase liquide. Ces poids secs sont calculés à partir du poids de conservation et de l'humidité de conservation des semences.

Les calculs d'humidités nécessitent donc la détermination de l'humidité de conservation qui est réalisée sur des échantillons de 15 éléments (semences ou billes de silice). Pour cette détermination, le poids sec est déterminé selon le protocole décrit précédemment (24 heures d'étuve à 105°C).

Toutes les pesées sont réalisées avec la balance Mettler AT20.

La méthode que nous avons choisie pour le calcul de l'humidité des semences suppose que l'humidité initiale des semences ne varie pas dans le temps, et justifie le protocole de conservation des semences au dessus de solutions salines saturées.

3.1. Cinétiques d'imbibition en phase gazeuse

3.1.1. Cinétiques d'imbibition moyennes

Les échantillons sont placés dans des récipients au-dessus d'une lame d'eau distillée de 1 cm d'épaisseur (figure 3. 5). Les semences sont réparties régulièrement au dessus d'un carré de mousseline (tissus en coton à maille très fine), elle-même posée sur un anneau de PVC surmonté d'une grille en plastique rigide. La mousseline permet de manipuler rapidement les semences et les fragments de pellicules quand ils existent. Les récipients sont fermés hermétiquement par du parafilm, ce qui permet de maintenir l'humidité relative de leur atmosphère à 100%. L'expérience se déroule en condition isotherme (laboratoire climatisé, boîtes de polystyrène). Les mesures d'humidité nécessitent la destruction des lots. Chaque point des cinétiques correspond donc à l'humidité moyenne d'un lot différent composé de 20 semences, ou de 20 billes de silice. Dans la mesure du possible, les différents échantillons ont été préparés de manière consécutive, pour limiter toute variabilité des facteurs physiques qui influencent les vitesses d'imbibition (température, et humidité relative du laboratoire notamment).

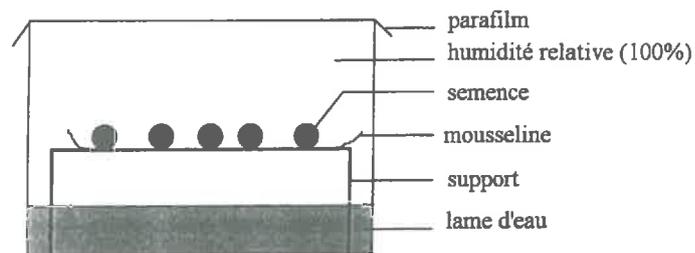


figure 3. 5 : Dispositif expérimental utilisé pour réaliser des cinétiques d'imbibition moyennes

3.1.2. Mesures individuelles

Les suivis d'humidités moyennes ont été complétés par des mesures ponctuelles de la variabilité de l'humidité au sein d'échantillons composés de 20 semences. L'analyse de ces résultats doit nous permettre de mieux comprendre l'étalement des germinations des semences, et éventuellement l'influence des pellicules sur celui-ci.

Les durées d'imbibition et les traitements pour lesquels nous avons mesuré les humidités respectives de 20 semences sont données dans le tableau 3. 3 qui suit.

pellicule	dose	nombre d'échantillons	durées d'imbibition (heures)
∅	∅	17	de 3 à 120
A	N	2	24 et 72
	1,5N	2	24 et 72
B	3N	2	44 et 124
C	2,5N	1	24

tableau 3. 3 : Plan d'expérience développé pour l'étude de la variabilité de l'humidité au sein d'échantillons de 20 semences.

Le dispositif présenté précédemment ne permettant pas d'obtenir des mesures individuelles de grande précision, nous avons mis en place un flacon d'imbibition par semence. Les semences sont placées dans une étamine au dessus d'une lame d'eau, et le flacon est hermétiquement fermé grâce à son bouchon (figure 3. 6).

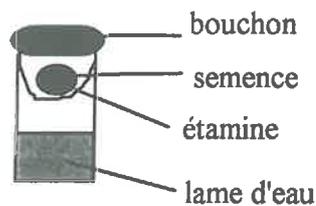


figure 3. 6 : Dispositif expérimental utilisé pour réaliser des cinétiques d'imbibition individuelles

Pour comprendre le déterminisme de la variabilité de l'humidité, nous avons étudié les relations existant entre le poids sec des semences et leur humidité.

3.1.3. Cinétiques d'imbibition de semences dé-tégumentées

Pour comprendre les mécanismes d'imbibition des semences, et surtout pour localiser les zones de résistance aux transferts d'eau, nous avons étudié l'influence des téguments sur les transferts d'eau. Cette étude est basée sur la comparaison des vitesses d'imbibition de semences témoin avec les vitesses d'imbibition de semences privées de téguments.

Les semences sont imbibées en phase gazeuse, et les comparaisons sont faites pour 2 durées d'imbibition (12 heures et 46 heures). Les lots sont constitués de 20 semences, dont les humidités sont mesurées de manière individuelle.

Le tégument peut être détaché très facilement de la surface des semences après une imbibition préalable de 3 heures en eau libre. Les semences ainsi privées de téguments sont séchées pendant 24 heures au dessus de solutions saturées dans une atmosphère à 55 % d'humidité relative.

Afin de vérifier que le prétraitement (imbibition-séchage) n'a pas d'influence sur les propriétés d'absorption des semences privées de tégument, nous avons fait subir le même pré-traitement à des semences sans leur retirer leur téguments. Le comportement en imbibition de ces semences sera comparé au comportement de semences n'ayant subi aucun prétraitement.

3.2. Cinétiques d'imbibition en phase liquide

3.2.1. La laponite

On cherche à caractériser les propriétés de transfert de la pellicule B par rapport aux transferts d'eau en phase liquide dans la laponite. Des cinétiques d'imbibition ont été réalisées pour des semences non-traitées, et pour des semences traitées aux doses 2N et 4N de la pellicule B.

Le milieu d'imbibition est préparé la veille de son utilisation. La laponite est ajoutée progressivement à de l'eau sous agitation, dans les proportions de 5 g de laponite pour 100 ml d'eau. 600 ml d'eau sont nécessaires pour 1 cinétique (9 points sur la courbe). La laponite est versée dans des pèse-filtres en verre à raison de 3 pèse-filtres pour 200 ml d'eau.

Les durées d'imbibition pour lesquelles on désire des mesures d'humidité sont fonction de la vitesse d'imbibition des semences et sont déterminées avec la réalisation de quelques tests ponctuels. A chaque durée d'imbibition correspond un pèse-filtre, contenant 10 semences. Les semences sont placées dans la laponite de façon à ce qu'elles soient entièrement recouvertes, qu'elles ne soient pas en contact avec des bulles d'air, et qu'elles soient à la même profondeur.

Pour les mesures de poids humide, les semences nues extraites de la laponite doivent être essuyées et les semences pelliculées doivent être soigneusement dépelliculées, selon le protocole suivant :

- dépelliculage grossier avec une 1ère mousseline humide ;
- dépelliculage fin (attention aux zones concaves) avec une 2ème mousseline sèche.

Suite au dépelliculage des semences, les humidités ne peuvent pas être calculées par rapport au poids sec des semences pelliculées comme en phase gazeuse. En faisant l'hypothèse qu'à l'état initial le contenu en eau des pellicules est négligeable, on propose le calcul suivant :

$$\omega = 100 \times \left(\frac{P_{hum}}{P_{cons} - P_{pell}} \times (h_{cons} + 1) - 1 \right)$$

avec : P_{hum} : poids humide (semence dépelliculé)
 P_{cons} : poids initial (semence pelliculée)
 P_{pell} : poids de pellicule
 h_{cons} : humidité initiale des semences

L'humidité est donc calculée par rapport au poids des semences non-traitées.

3.2.2. Imbibition dans le sol

On cherche à caractériser la pellicule C vis-à-vis des transferts d'eau en phase liquide dans le sol. Le sol doit contenir de l'eau à un potentiel proche de celui de l'eau libre, et sa structure doit permettre de maintenir la pellicule autour de la semence, tout en assurant un contact sol-semences maximal. Nous travaillons donc avec des agrégats de 2 à 3 mm, qui sont compactés en cylindres de sol ayant une densité proche de 2.

Des cinétiques d'imbibition ont été réalisées pour des semences non-traitées, et pour des semences traitées à la dose 2,5N de la pellicule B.

L'analyse de la courbe $\psi(\omega)$ des agrégats de notre sol, nous a amené à réaliser les imbibitions au potentiel de -10^{-3} MPa (-10 cm).

Les durées d'imbibition pour lesquelles on désire des mesures d'humidité sont fonction de la vitesse d'imbibition des semences et sont déterminées après la réalisation de quelques tests ponctuels. A chaque durée d'imbibition correspond un cylindre de sol contenant 10 semences. Les semences sont placées sur la première tranche de sol qui a été scarifiée pour améliorer le contact sol-semences.

Les cylindres de sol contenant les semences seront conservés dans des pèse-filtres en verre au cours de la cinétique pour éviter qu'ils se dessèchent. Ces pèse-filtres sont placés dans des boîtes en polystyrène pour amortir les fluctuations de température du laboratoire.

Pour les mesures de poids humides comme pour les calculs d'humidité, on procédera comme pour les imbibitions dans la laponite.

3.3. Traitement des données

3.3.1. Cinétiques d'imbibition moyennes

Les cinétiques d'imbibition ont été analysées grâce au modèle CPF et parfois grâce au modèle RDH, de manière à déterminer les propriétés conductrices des supports, semences et billes de silice, et des pellicules A, B et C. Les ajustements de conductances (modèle CPF) et de conductivités (modèle RDH) sont réalisés au sein des modèles par la méthode de Bard (Bard, 1974). Les formes analytiques ont été choisies en raison de leur performances lors de l'ajustement des paramètres. Elles sont de type exponentiel : $D' = a \cdot \exp(b \cdot \omega)$ pour les imbibitions en phase gazeuse, et $K' = \exp(a) \cdot \exp(b \cdot \omega)$ pour les imbibitions en phase liquide.

L'utilisation des modèles nécessite la connaissance d'un certain nombre de caractéristiques des systèmes étudiés. Les données d'entrées des modèles correspondent à une grande partie des résultats des caractérisations préliminaires dont nous venons de présenter les méthodes.

a. Imbibition en phase gazeuse

Les cinétiques d'imbibition en phase gazeuse ont été analysées uniquement avec le modèle CPF. Dans un premier temps, nous avons déterminé la conductance des semences et des billes de silice non-traitées et pelliculées, en ajustant une fonction ayant 2 paramètres libres. Dans un deuxième temps, pour simplifier l'étude des relations entre la résistance observée et la dose appliquée, nous avons réalisé des ajustements de conductances dont le paramètre b est fixe. La valeur de b que nous choisissons correspond environ à la moyenne des coefficients b ajustés lors de l'ajustement de 2 paramètres.

b. Imbibition en phase liquide

Les cinétiques d'imbibition des semences non-traitées et pelliculées avec A ont été analysées avec les modèles CPF et RDH. Comme précédemment, pour le modèle CPF, les ajustements de conductances ont été effectués successivement avec 1 ou 2 paramètres. Pour le modèle RDH, l'ajustement de la conductivité des semences non-traitées a été effectué avec 1 et 2 paramètres. L'ajustement de la conductivité de la pellicule A par le modèle RDH posait le problème de l'absence de données concernant ses propriétés d'absorption. En effet, comme la pellicule A n'a pas pu être appliquée sur des billes de verre pour des raisons technologiques, il n'a pas été possible de déterminer sa relation $\psi(\omega)$. L'ajustement de la conductivité de la pellicule A a néanmoins été réalisé en faisant l'hypothèse que les propriétés d'absorption de la pellicule A sont identiques aux propriétés d'absorption de la semence. Cette hypothèse n'est sans-doute pas très réaliste et les résultats de ces ajustements devront être analysés avec beaucoup de précautions.

3.3.2. Variabilité de l'humidité

Pour compléter l'étude des corrélations entre les poids secs et les humidités des semences à différentes dates au cours d'une cinétique, nous nous sommes appuyés sur la modélisation de l'imbibition par le modèle de Bruckler (1983).

En ce qui concerne les semences non-traitées, nous avons généré 17 échantillons de 20 semences virtuelles. Chaque semence est caractérisée par son poids sec, son volume, et sa surface. Le poids sec résulte d'un tirage aléatoire parmi une population de poids secs présentant une distribution normale dont l'espérance et la variance sont égales à la moyenne et à la variance des poids sec déterminés sur un échantillon de 100 semences. Les valeurs du volume et de la surface sont calculées à partir des régressions linéaires déterminées expérimentalement.

La conductance des semences non-traitées ayant été préalablement ajustée, on peut simuler l'imbibition des différentes semences virtuelles sur des durées variables, et calculer les humidités moyennes des échantillons à différentes dates au cours de l'imbibition.

On comparera les résultats expérimentaux et numériques concernant les cinétiques d'imbibitions moyennes et surtout l'évolution au cours de l'imbibition de la variabilité de l'humidité au sein des échantillons de 20 semences.

En ce qui concerne les semences pelliculées, les plans de simulation ont été simplifiés car ils ne concernent pas une cinétique entière, mais une ou deux durées d'imbibition pour lesquelles on dispose de données expérimentales. Les principes de la simulation et de l'analyse des résultats sont identiques à ceux que nous venons de décrire.

4. Cinétiques de germination

Pour étudier l'influence des pellicules sur le comportement global des semences, nous avons comparé les cinétiques de germination dans l'air de semences non-traitées et de semences pelliculées. Nous avons également comparé les cinétiques de germination de semences non-traitées et pelliculées dans différentes atmosphères (appauvries en oxygène, et/ou enrichies en dioxyde de carbone), de façon à évaluer l'influence des pellicules sur les transferts de gaz respiratoires.

Les cinétiques de germination de semences nues et pelliculées ont été réalisées dans les conditions décrites ci-dessous.

En ce qui concerne les conditions d'imbibition, les semences sont placées dans des bocaux de 8 cm de diamètre à 2 cm au dessus d'une lame d'eau d'environ 2 cm de hauteur (100 ml). Elles sont réparties régulièrement sur deux épaisseurs de papier filtre (filtres DURIEUX III), qui sont reliées à la lame d'eau par l'intermédiaire d'une mèche. Elles reposent sur la face opposée à l'embryon. Les flacons sont fermés hermétiquement (les joints de fermeture sont graissés).

En ce qui concerne l'aération des semences, les couvercles sont équipés de septa au niveau desquels se font les échanges gazeux. La composition de l'atmosphère du bocal est maintenue à un niveau constant par un balayage continu. Les gaz passent à travers un "bulleur équipé d'un embout en verre fritté", pour se charger en vapeur d'eau. Les bocaux sont alimentés en parallèle.

Les différentes concentrations en oxygène et en dioxyde de carbone dont nous voulons tester l'influence sur la germination des semences sont résumées dans le tableau 3. 4 présenté ci-dessous.

		% O ₂				
		2	5	10	20	60
% CO ₂	0	×	×	×	×	×
	5	∅	×	∅	×	∅

tableau 3. 4 : Les différentes concentrations gazeuses auxquelles ont été soumises les semences non-traitées et pelliculées, en vue de tester l'influence des pellicules sur les transferts de gaz respiratoires.

Ces différents mélanges gazeux ont été préparés par la société Linde, dans des bouteilles de 20 litres à 200 bars.

Les expériences ont été réalisées avec des semences nues et pelliculées. Les traitements concernés ont été choisis pour que les épaisseurs de pellicule soient les plus proches possibles (tableau 3. 5).

pellicule	dose	épaisseur (microns)
A	2N	125
B	3N	150
C	1,5N	145

tableau 3. 5 : Doses auxquelles les pellicules ont été appliquées sur les semences pour les études de germination. Epaisseurs correspondantes.

Pour chaque type de traitement, on prépare 2 séries de 3 bocaux, contenant 30 semences chacun ; les dates de préparation des 2 séries sont décalées de 12 heures, et les comptages sont

effectués simultanément sur les 2 séries, 2 fois par jour et à 6 heures d'intervalles. Les semences sont considérées germées dès que l'on observe leur radicule.

La régulation de la température à 20°C est assurée par une armoire climatique à $\pm 0,5$ °C près. Les semences nues, ainsi que les pellicules A et C ont été traitées par poudrage avec du TMTD à raison de $3 \text{ g} \cdot \text{kg}^{-1}$, pour éviter l'apparition de problèmes phytosanitaires.

Analyse des données

La recherche des critères influençant la vitesse de germination se fait par l'analyse du temps nécessaire pour obtenir 50% de semences germées au sein des échantillons (T50). Le T50 est extrapolé à partir d'une régression linéaire effectuée sur les données expérimentales situées dans une gamme variant entre 35 et 65 % de germination. Le T50 est assorti d'un intervalle de confiance dont les bornes sont calculées à partir des cinétiques de germination qui enveloppent la cinétique de germination moyenne.

CHAPITRE 4

Influence des pellicules sur l'imbibition et la germination de semences de maïs. Approche expérimentale

A. Caractérisation préliminaire des supports et des pellicules

1. Caractéristiques morphologiques

1.1. Les semences

1.1.1. Distribution des poids secs et conséquences sur le volume des semences

a. Distribution des poids sec

Le poids sec moyen des semences étudiées est égal à 240,7 mg et l'écart-type des mesures vaut 26,0 mg. La gamme de variation des poids sec s'étend de 170 à 320 mg. Nous assimilerons la distribution des poids sec à une loi normale (figure 4.1). En effet, grâce à un programme qui génère de façon aléatoire des valeurs pour une variable qui suit une loi normale, nous avons constaté que pour 10 échantillons de 100 valeurs, et pour des valeurs d'espérance et de variance proches des valeurs déterminées sur notre échantillon de semences, la normalité n'est pas toujours respectée. La distribution des poids sec sera donc assimilée à une loi normale d'espérance 240,7 et d'écart-type 26,0 dans la suite de ce travail. Le poids sec moyen des semences (\overline{ps}) est compris dans l'intervalle [235,6; 245,8] avec une probabilité de 95 %.

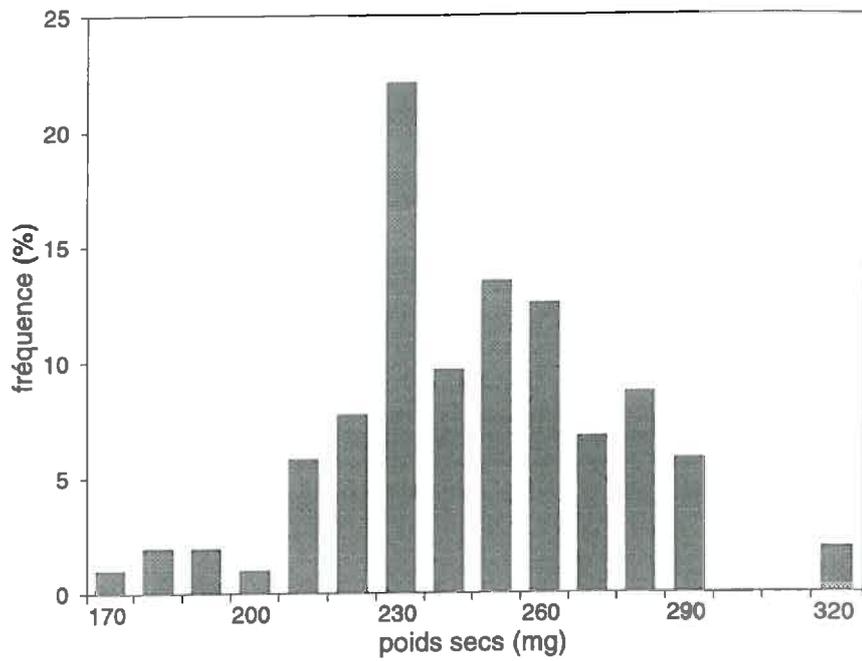


figure 4. 1 : Distribution des poids secs au sein d'un échantillon de 100 semences de maïs non-traitées. Variété Dea

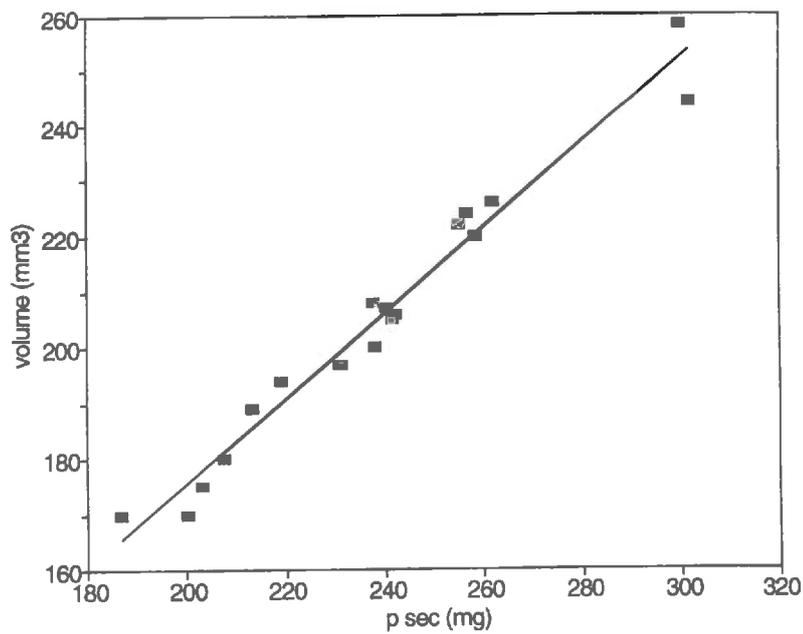


figure 4. 2 : Relations entre les poids sec (p sec) et les volumes de 20 semences de maïs non-traitées. Humidité moyenne des semences : 8%

b. Relation poids sec-volume à la conservation

Au sein d'un lot de 20 semences dont l'humidité pondérale moyenne à la conservation ($\overline{\omega_c}$) est de 8%, il existe une certaine variabilité du volume des semences. On montre que le volume d'une semence est étroitement lié à son poids sec (figure 4.2). La valeur du coefficient de corrélation (R= 98 %) montre que la densité ne varie pas avec la taille des semences. On a :

$$v_i = (a \cdot ps_i + b) + \varepsilon_i, \forall i \text{ avec } a = 726,9 \text{ et } b = 23,0 \quad [1]$$

où v_i est le volume de la semence i (mm^3) et ps_i représente le poids sec de la semence i (g).

Au vu de ce résultat, et compte tenu de l'hétérogénéité de la semence, nous pouvons penser que les proportions respectives des trois constituants de la semence (téguments, embryon, réserves) ne varient pas avec la taille des semences, ou bien que l'un des constituants a une influence prépondérante sur la densité.

L'étude des résidus ε_i montre qu'ils ne sont pas corrélés à l'humidité des semences. Ces résidus sont probablement liés à des incertitudes concernant les mesures de volume (phénomènes de gonflement, réessuyage non-parfait des semences, et imprécisions lors des mesures de poids de pétrole).

1.1.2. Effet de l'humidité sur le volume des semences

a. Relation volume moyen - humidité moyenne d'échantillons de semences

Le volume moyen d'échantillons de 20 semences augmente de manière quasi-linéaire avec l'humidité des semences (figure 4.3). Dans une gamme d'humidités comprises entre 8 et 35 %, on a :

$$\overline{v_s} = a \cdot \overline{\omega} + b \text{ avec } a = 2,42 \text{ et } b = 187,94 \quad [2]$$

où $\overline{v_s}$ est le volume moyen des semences (mm^3) et $\overline{\omega}$ représente l'humidité pondérale moyenne des semences (%).

La part de la variance du volume moyen non expliquée par la variance de l'humidité moyenne ($1-R^2$) est inférieure à 5%. Elle est probablement liée à des incertitudes sur les grandeurs mesurées.

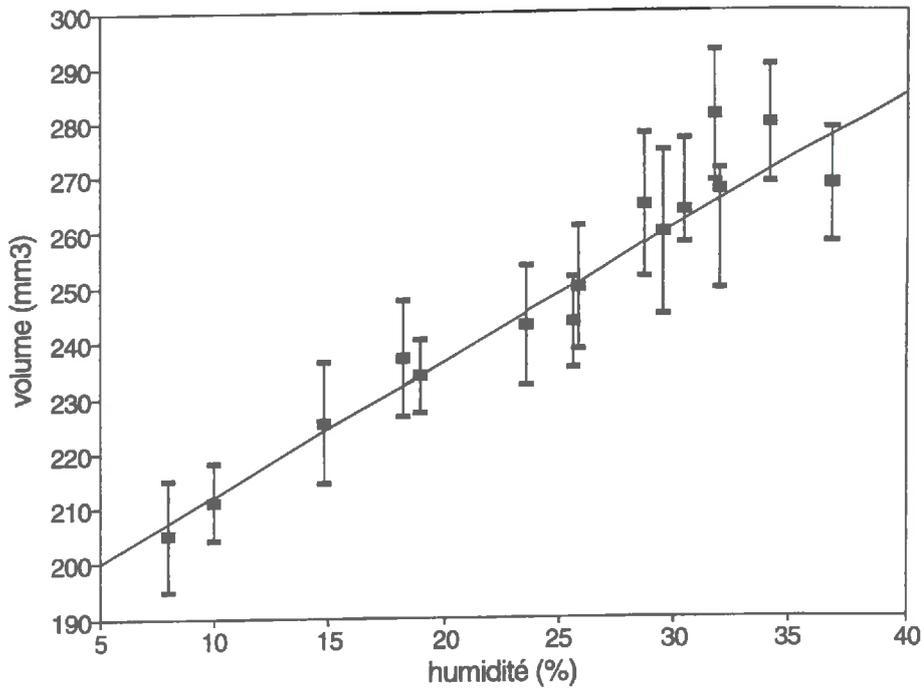


figure 4. 3 : Relations entre les humidités et les volumes moyens d'échantillons de 20 semences de maïs non-traitées

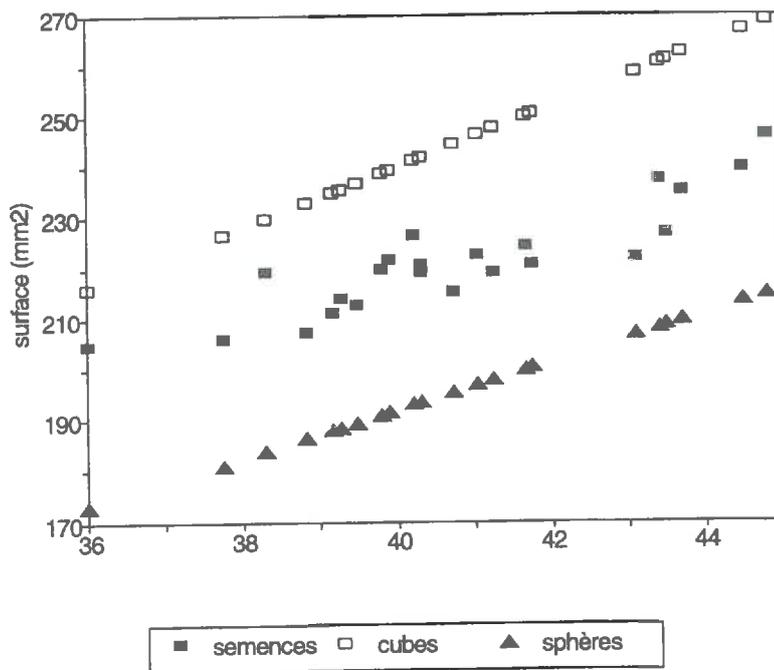


figure 4. 4 : Relations $s_i = f(v_i^{2/3})$, au sein d'un échantillon de 25 semences. v_i et s_i sont respectivement le volume et la surface de la semence i .

La connaissance de la relation $\overline{v_s} = f(\overline{\omega})$ nous permet de tester trois hypothèses concernant le gonflement des semences. En effet, celui-ci peut être uniquement lié à l'absorption d'eau (toute absorption Δv d'eau entraîne la même augmentation Δv de la semence), ou résulter de l'effet conjoint de l'absorption d'eau et du déploiement de polymères (Vertucci et Leopold, 1985, ch.2, p.45), ou enfin, être inférieur au volume d'eau apporté s'il y a saturation de vides sans augmentation de volume.

Comme on a $\frac{\partial \overline{v_s}}{\partial v_{H_2O}} = \frac{100 \cdot a}{ps} \cong 1$, on peut écrire l'égalité suivante : $\Delta \overline{v_s} \cong \Delta \overline{v_{H_2O}}$, où $\overline{v_{H_2O}}$ est le volume d'eau moyen absorbé par les semences (mm^3). Nous conservons donc la première hypothèse au détriment des deux autres.

b. Modifications de la relation poids sec-volume liées à l'imbibition

Pour déterminer l'influence de l'eau absorbée sur le volume des semences, nous avons réalisé un ajustement multilinéaire $v_i = f(ps_i, \omega_i)$ à partir des données concernant 15 échantillons de 20 semences, dont les humidités varient de 8 à 36 %. On a trouvé :

$$v_i = \left[0,788 + 0,921 \cdot \frac{\omega_i - \overline{\omega_c}}{100} \right] \cdot ps_i + 35,9 \cdot \frac{\omega_i - \overline{\omega_c}}{100} + 18,4 \quad [3]$$

La valeur du coefficient de corrélation ($R = 98,6\%$) ainsi que l'écart type des résidus (de l'ordre de $5,45 \text{ mm}^3$) témoignent de la qualité de l'ajustement. Cette formule apporte des précisions sur l'origine du gonflement des semences. Si l'on considère que l'humidité initiale des semences est constante et égale à $\overline{\omega_c}$ on a :

$$\Delta v_i = 0,921 \cdot \Delta v_{H_2O} + 35,9 \cdot \frac{\omega_i - \overline{\omega_c}}{100} \quad [4]$$

L'équation [4] n'est pas en contradiction avec la relation que nous avons trouvée dans le paragraphe a, car si l'on moyenne cette équation sur l'ensemble des semences d'un échantillon, on retrouve : $\Delta \overline{v_s} \cong \Delta \overline{v_{H_2O}}$.

L'ajustement multilinéaire que nous avons réalisé permet de prévoir avec une grande précision le volume d'une semence à partir des mesures de son poids sec et de son humidité.

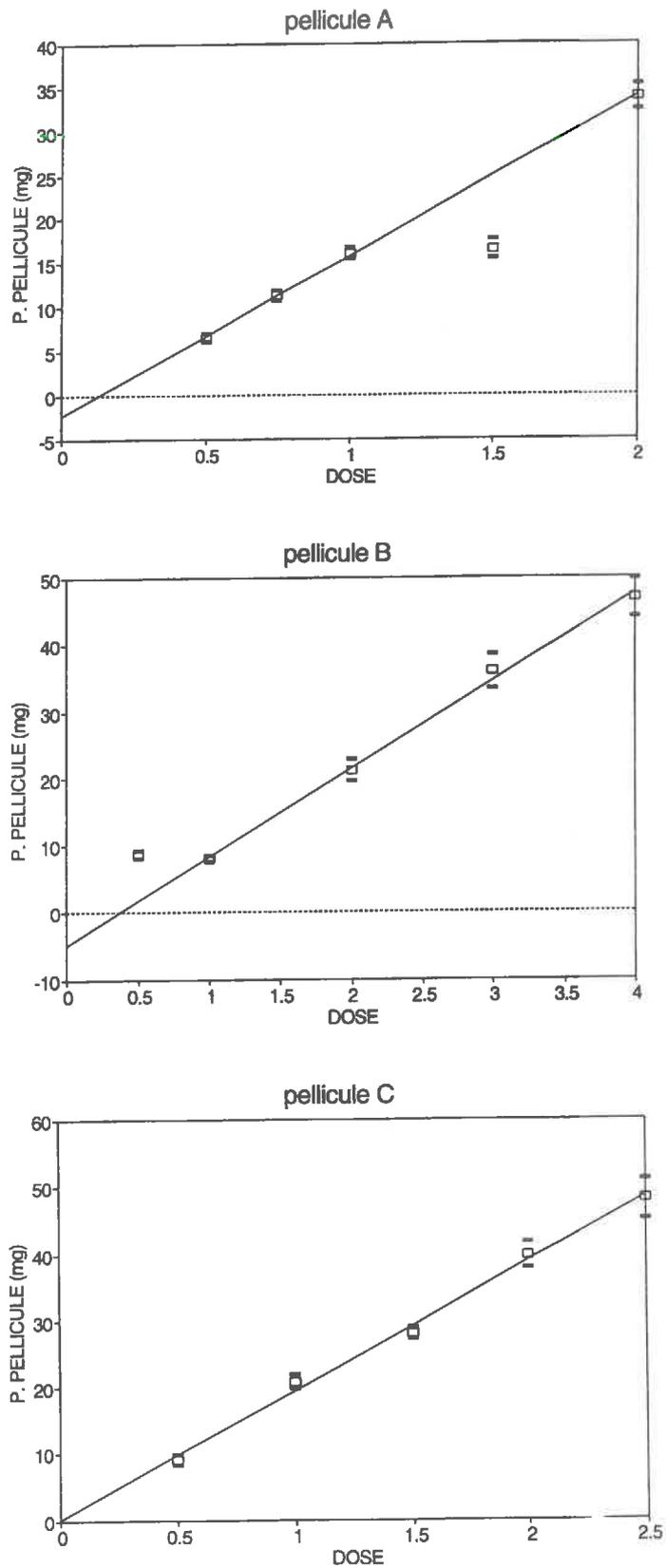


figure 4. 5 : Relations entre les doses nominales et les poids moyens des pellicules appliquées sur les semences de maïs, pour les pellicules A, B et C.

1.1.3. Relation surface-volume

La géométrie de tout solide peut être caractérisée par le paramètre k qui relie sa surface à son volume par l'intermédiaire de la relation $S = k \cdot V^{2/3}$. La valeur de k caractéristique des semences est égale à 5,4. Elle est comprise entre les valeurs des paramètres k relatifs aux sphères ($\sqrt[3]{36\pi}=4,8$) et aux cubes (6,0) (figure 4.4).

Le coefficient de détermination ($R^2=72\%$) de cette relation est moins élevé que les coefficients calculés lors des études présentées précédemment. Cette différence peut être liée à une moins bonne qualité des données relatives à la surface des semences, car leur détermination est plus complexe que les mesures de volumes. Elle peut également être liée à une certaine variabilité de la géométrie des semences, qui sont plus ou moins plates et présentent des proportions variables de zones déprimées au niveau du pôle apical et de l'écusson.

L'étude précédente a montré que l'augmentation de volume des semences au cours de l'imbibition peut atteindre 60 mm^3 (soit une variation relative proche de 30%), et n'est donc pas négligeable. Cette augmentation de volume entraîne une variation de la surface de la semence qui doit être prise en compte lors de l'analyse des vitesses d'imbibition. Nous faisons l'hypothèse que le gonflement de la semence est isotrope, et supposons donc que le coefficient k , déterminé sur un lot de semences à une humidité donnée, reste valable sur la gamme des humidités rencontrées au cours de l'imbibition, soit de 8 à 35 %.

1.2. Les pellicules

1.2.1. Relation dose-poids sec pellicule

L'étude des relations entre dose et poids moyen de pellicule (figure 4.5) permet de vérifier que le poids moyen de pellicule est proportionnel à la dose appliquée. Dans certains cas, il permet également de révéler des irrégularités dans les traitements.

Pellicule A

L'étude de la relation entre dose et poids moyen de pellicule a mis en évidence un problème relatif à la dose 1.5N, dont le poids mesuré est très inférieur au poids moyen attendu ; on constate d'autre part que l'ordonnée à l'origine de la droite de régression liée passant par les doses 0.5, 0.75N, N et 2N est négative et significativement différente de 0.

Pellicule B

De même que précédemment, le poids moyen de pellicule n'est pas proportionnel à la dose sur toute la gamme étudiée, mais l'est uniquement entre N et 4N. Le poids de pellicule correspondant à la dose 0.5 est équivalent à celui de la dose N, il est donc supérieur à la dose attendue. L'ordonnée à l'origine est également significativement inférieure à 0.

Pellicule C

La relation entre le poids moyen de pellicule et la dose est linéaire sur toute la gamme de doses étudiées, et l'ordonnée à l'origine de la droite de régression est égale à 0.

conclusion- discussion

De manière qualitative, on peut associer les irrégularités observées en ce qui concerne la relation poids moyen de pellicule-dose appliquée à des problèmes de formulation et/ou d'application. Ainsi, pour la pellicule A, les doses 0.75N et 1.5N ont été appliquées sur les semences environ 4 mois après que les traitements concernant les trois autres doses aient été effectués. Indépendamment de problèmes liés à la formulation des solutions, les variations non négligeables des conditions climatiques affectant la température et l'humidité relative de l'atmosphère du laboratoire pourraient être à l'origine des écarts observés entre le poids mesuré de la pellicule à 1.5N et le poids calculé à partir de la régression linéaire effectuée sur les autres données. Pour ce qui est de la pellicule B, dont les différents traitements ont été effectués de manière consécutive dans des conditions très contrôlées, l'homogénéité des poids de pellicule pour les doses 0.5 et N ne peut être expliquée simplement que par un problème survenu lors de la formulation des solutions ou par des problèmes d'adhésion pour les faibles doses.

L'ordonnée à l'origine des droites de régression représente le poids théorique d'une pellicule qui couvrirait des semences nues (dose= 0). Alors que ce poids devrait être égal à 0, il est significativement négatif dans 2 cas sur 3. Cette valeur révèle qu'en début d'application, une partie non-négligeable de la dose pulvérisée peut ne pas être fixée par les semences ; une estimation plus précise des quantités de pelliculant qui s'accumulent sur les parois des machines de traitements, pourrait permettre de confirmer cette hypothèse.

De façon plus générale, la taille des intervalles de confiance sur les poids moyens de pellicule augmente avec la dose appliquée, mais ces variations perdent leur caractère significatif quand elles sont ramenées au poids moyen de pellicule. Il ne semble donc pas qu'il y ait d'évolution de la précision des traitements avec l'augmentation de la dose appliquée.

1.2.2. Relations entre les surfaces des semences et les poids secs des pellicules

Pour une dose et un polymère donnés, la quantité de pellicule appliquée par semence est variable. Nous avons étudié les relations existant entre le poids sec des pellicules et une estimation de la surface des semences à un coefficient de proportionnalité près ($ps^{2/3}$, ps étant le poids sec des semences). Nous avons observé les cas de figure suivants :

- absence de corrélation entre poids de pellicule et surface de la semence ;
- proportionnalité entre poids de pellicule et surface ;
- relation linéaire entre poids de pellicule et surface de semence sans proportionnalité entre ces variables.

Pratiquement, dans ce dernier cas, les quantités de pellicules appliquées par unité de surface de semences sont plus faibles pour les semences de petite taille par rapport aux semences de calibre plus élevé.

Pellicule A (figure 4.6)

Les données présentées pour la pellicule A sont relatives aux poids à la conservation et non aux poids sec. Des corrélations significatives entre le poids des semences et le poids des pellicules sont observées uniquement pour les doses 0.5 et N. L'ordonnée à l'origine des droites de régression n'est pas très différente de zéro (les quantités de pellicules appliquées par unité de surface varient peu).

Pellicule B (figure 4.7)

Alors qu'il n'y a pas de relations significatives entre les poids de semences et de pellicules aux doses les plus faibles, les coefficients de corrélation entre ces deux séries de variables sont significatifs et respectivement égaux à 0.83, 0.88 et 0.87, pour 2N, 3N et 4N. Pour ces trois doses, les variations des quantités de pellicule appliquée par unité de surface peuvent varier de -50% à +30% autour de la moyenne respectivement pour les semences des plus petits et des plus gros calibres.

Pellicule C (figure 4.8)

Mis à part pour la dose 0.5, le poids des pellicules appliqué est toujours lié de façon significative au poids des semences. Les quantités de pellicules appliquées par unité de surface sont indépendantes de la taille des semences pour les doses N et 1,5N (ordonnée à l'origine de la droite de régression non significativement différente de zéro). A partir de la dose 1,5N, les quantités de pellicule appliquées par unité de surface augmentent avec la taille des semences. Les écarts autour de la moyenne varient de -20 à +10% respectivement pour les semences des plus petits et des plus gros calibres.

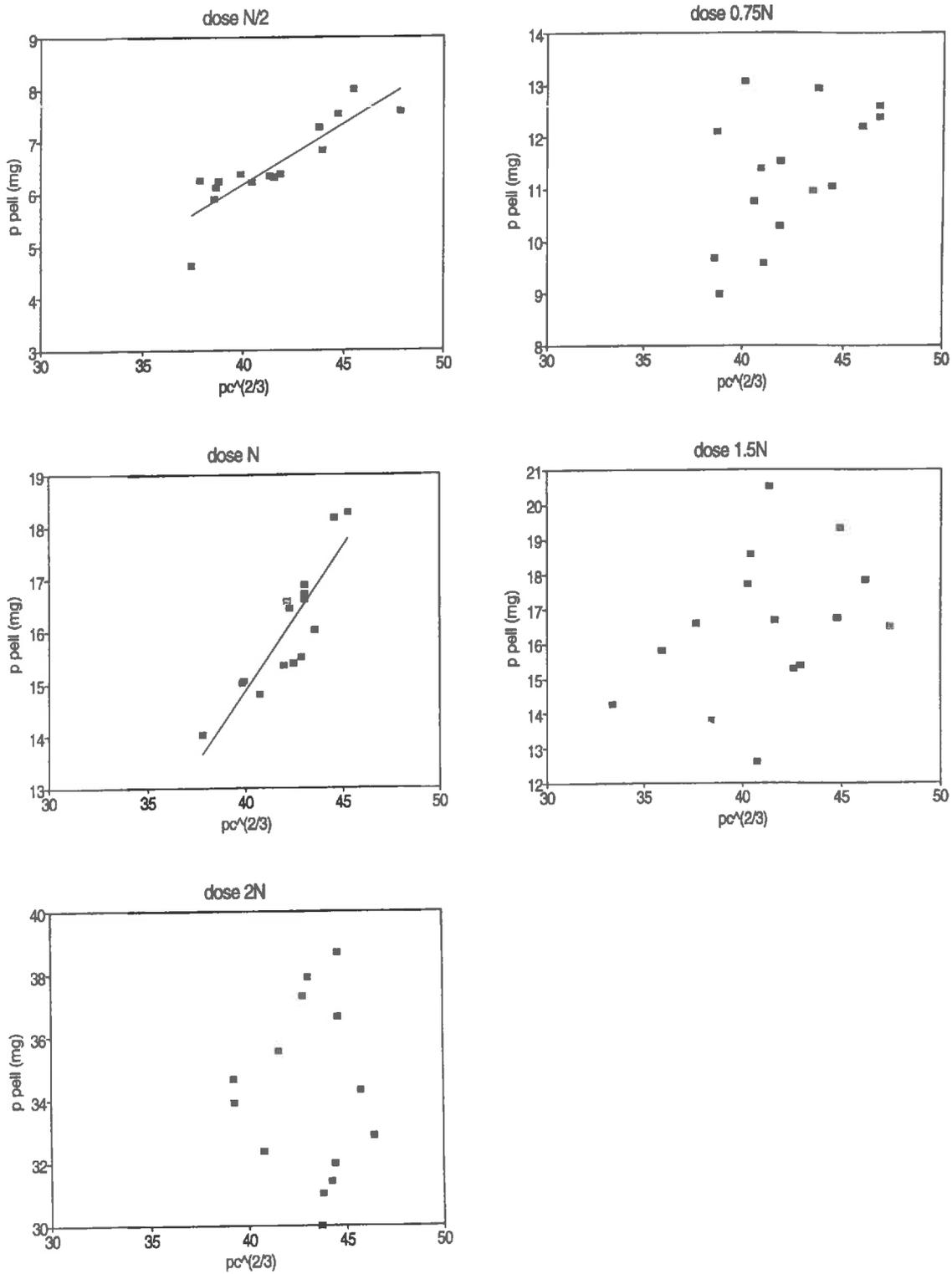


figure 4. 6 : Relations entre les $pc^{2/3}$ qui sont proportionnels à la surface des semences et les poids des pellicules A appliquées, pour les doses $N/2$, $0.75N$, N , $1.5N$ et $2N$. pc est le poids frais des semences à l'humidité de conservation (mg).

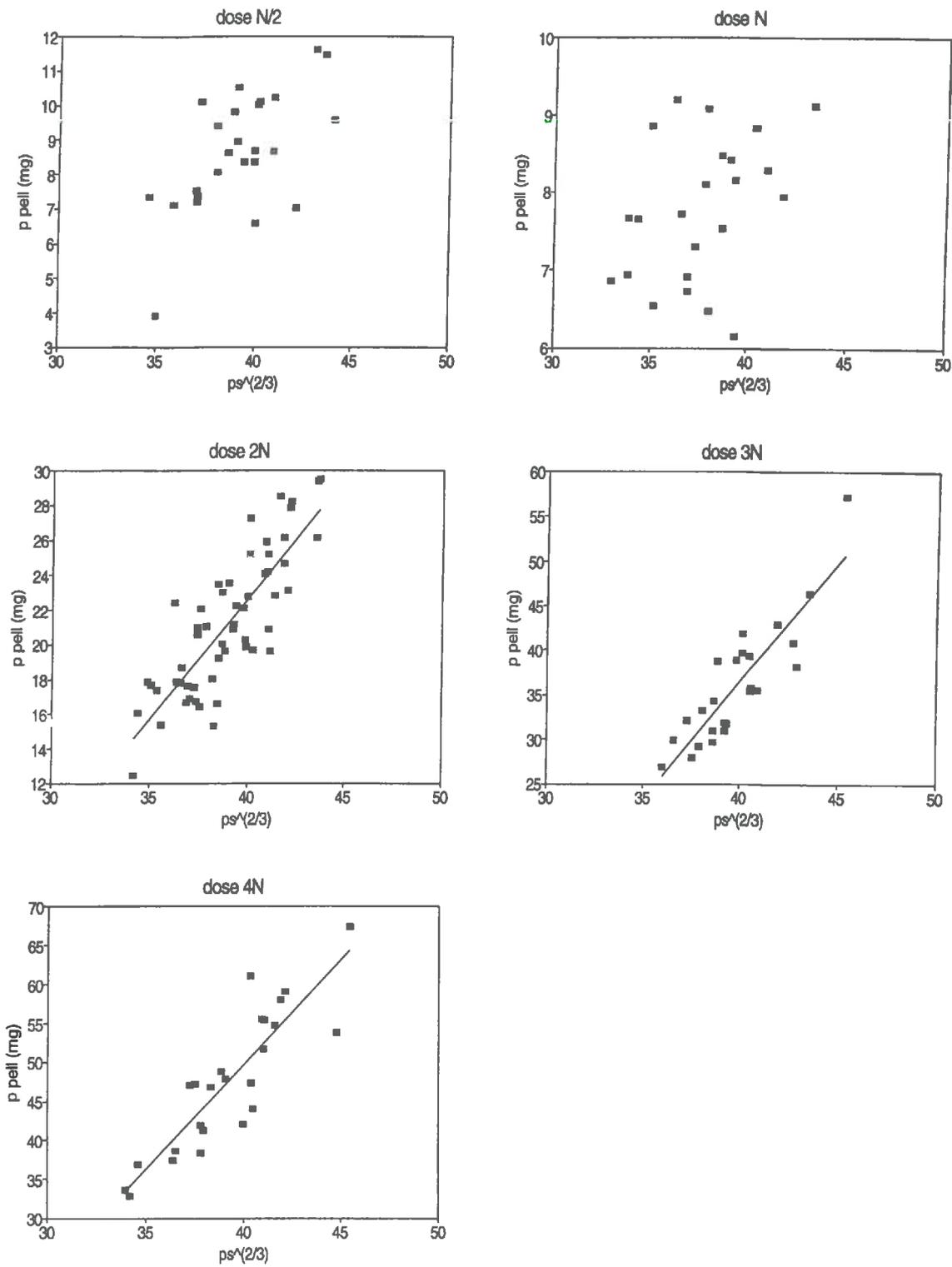


figure 4. 7 : Relations entre les $ps^{2/3}$ qui sont proportionnels à la surface des semences et les poids des pellicules B appliquées, pour les doses N/2, N, 2N, 3N et 4N. ps est le poids secs des semences (mg).

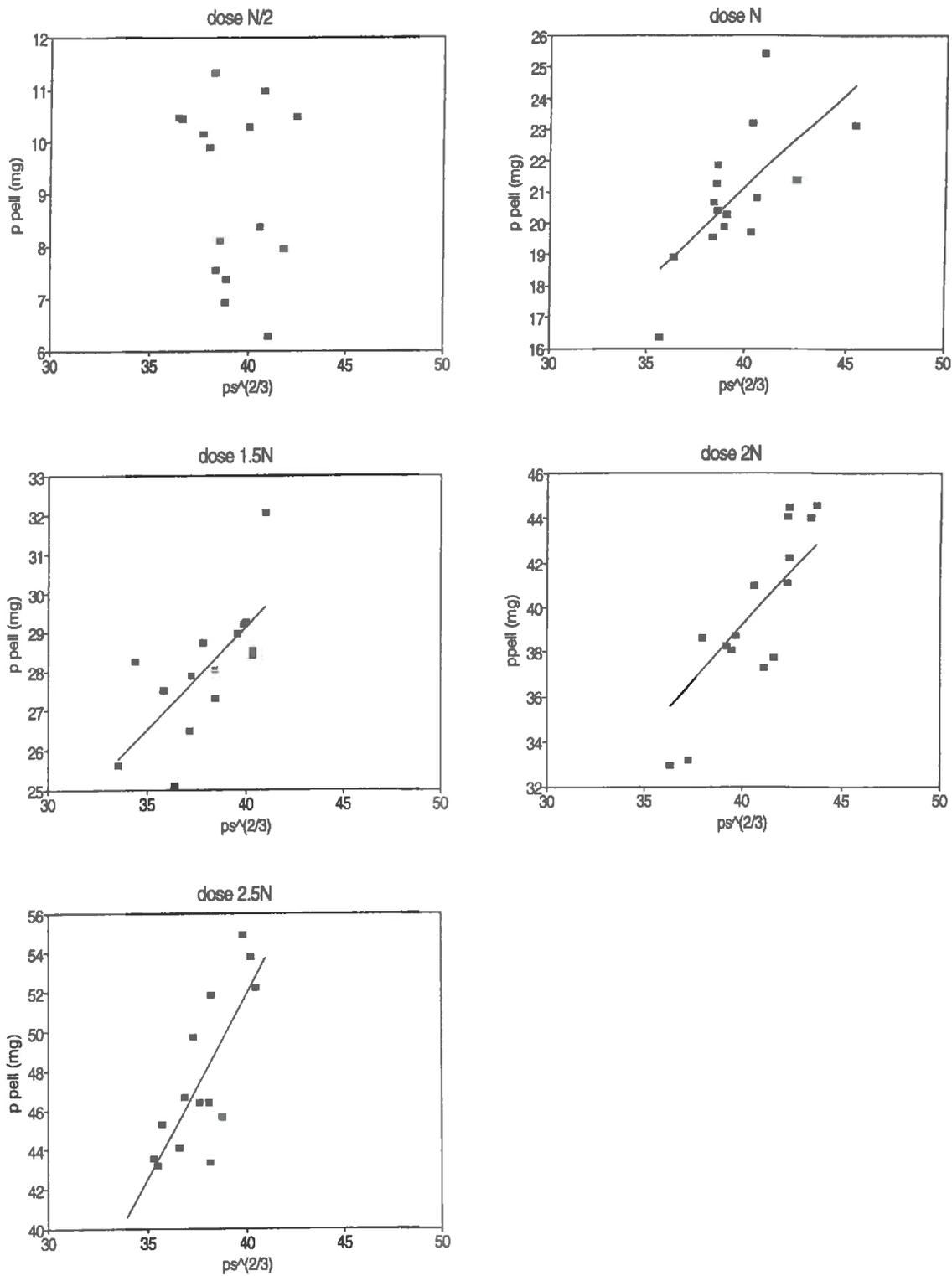


figure 4. 8 : Relations entre les $ps^{2/3}$ qui sont proportionnels à la surface des semences et les poids des pellicules C appliquées, pour les doses N/2, N, 1.5N, 2N et 2.5N. ps est le poids secs des semences (mg).

conclusion-discussion

De façon générale, l'existence ou l'absence de relations entre les poids des semences et les poids des pellicules sont sans doute liées aux propriétés des solutions de pelliculage et aux processus d'application qui vont déterminer, entre autres, le brassage des semences, la fréquence de leur passage au niveau des pistolets et/ou des rampes de pulvérisation, l'étalement de la solution à la surface des semences.

1.2.3. Epaisseurs

L'ensemble des observations réalisées a permis de révéler une variabilité importante de l'épaisseur des pellicules. Cette variabilité est double : elle concerne à la fois des variations d'épaisseur à la surface d'une même semence (entre les zones déprimées, les zones plus planes, et les arêtes), et des variations intersemences (pour des localisations comparables à la surface des semences).

Ainsi, dans le cas particulier de la pellicule B appliquée sur une semence à la dose 4N, les observations réalisées à différentes localisations sont résumées dans le tableau 4. 1.

localisation	épaisseur (microns)
écusson	250
face opposée à l'embryon	200
face latérale	140
arête	70

tableau 4. 1 : Variabilité de l'épaisseur de pellicule appliquée sur une semence de maïs (pellicule B, dose 4N).

La comparaison des gammes de variations de l'épaisseur de cette même pellicule (pellicule B, dose 4N) observées sur trois semences au niveau de leur face dorsale (opposée à l'embryon) donne un aperçu de la variabilité intersemence (tableau 4. 2).

Dans ce contexte, le calcul d'une épaisseur moyenne pondérée à partir des différents clichés n'est pas possible, car il aurait nécessité une estimation des proportions relatives de chaque classe d'épaisseur. D'autre part, ce calcul n'aurait pas eu beaucoup de sens d'un point de vue physique, car les résultats de caractérisation de pellicules relatifs à une épaisseur moyenne

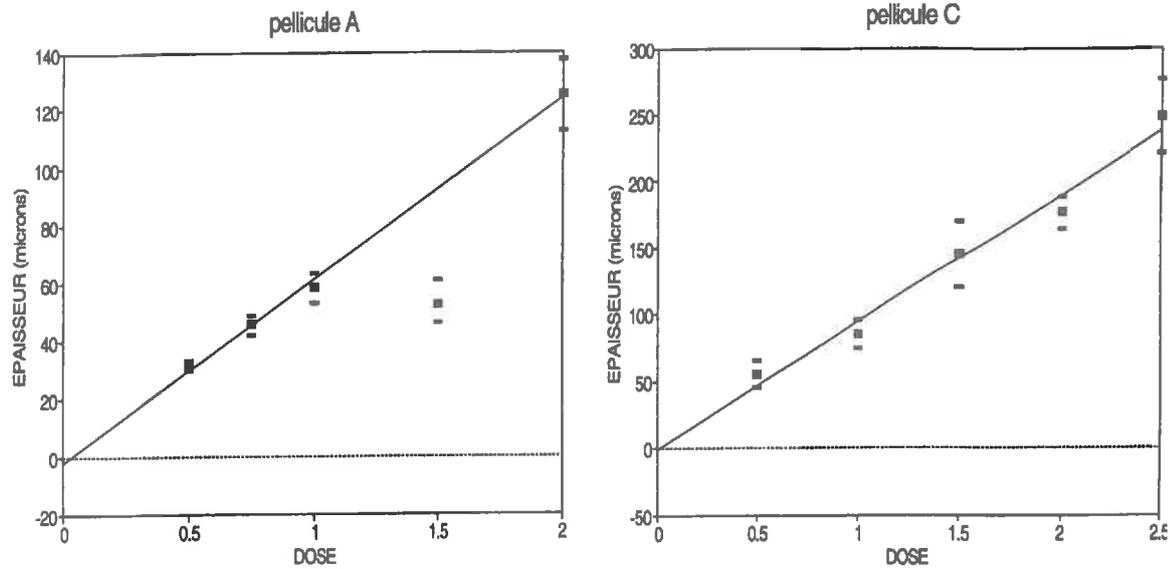


figure 4. 9 : Relations entre les doses nominales et les épaisseurs moyennes de pellicules appliquées sur les semences de maïs, pour les pellicules A et C.

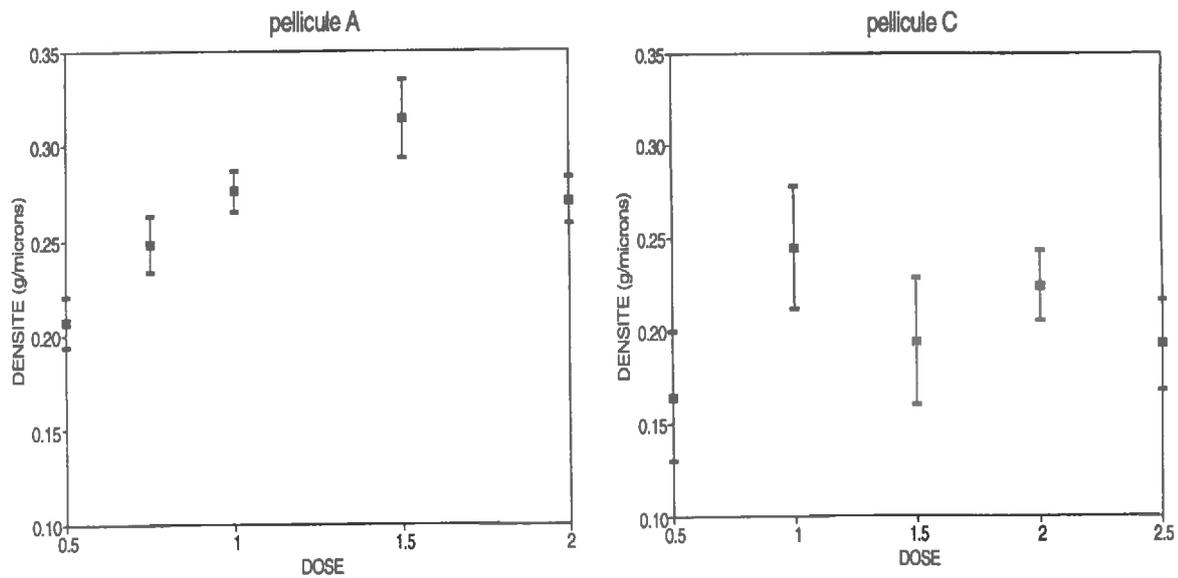


figure 4. 10 : Relations entre les doses nominales et les densités moyennes de pellicules appliquées sur les semences de maïs, pour les pellicules A et C.

résultante, supposée homogène, sont biaisés ; il vaut mieux caractériser la résistance d'une pellicule en tenant compte de la variabilité de son épaisseur à l'aide d'un modèle 3D.

	gamme de variation de l'épaisseur (microns)
semence 1	[155; 220]
semence 2	[190; 215]
semence 3	[190; 195]

tableau 4. 2 : Variabilité intersemence de l'épaisseur de pellicule appliquée sur maïs (pellicule B, dose 4N). Les observations sont réalisées au niveau de la face dorsale.

Nous nous sommes donc contentés de calculer, pour les pellicules A et C, des épaisseurs moyennes "apparentes", sans affecter de pondérations aux différentes mesures effectuées (figure 4.9). Pour la pellicule A, les mesures ont été réalisées de manière relativement homogène sur l'ensemble des contours des semences, mais ne tiennent pas compte des observations réalisées au niveau de l'écusson. En effet, la pellicule présente un aspect "boursofflé" avec d'importantes variations d'épaisseurs à cet endroit. Nous avons pu montrer que les épaisseurs moyennes apparentes sont proportionnelles aux doses appliquées pour 0.5, 0.75N, N et 2N, mais l'épaisseur des pellicules appliquées à la dose 1.5N est inférieure à la dose attendue. La relation dose-épaisseur est donc semblable à la relation dose-poids de pellicule.

Pour la pellicule C, les mesures ont été réalisées sans discrimination sur l'origine des observations ; la relation entre dose et épaisseur est linéaire sur toute la gamme de traitements.

La combinaison des deux grandeurs relatives à la quantité de pellicule appliquée nous permet de définir une "densité apparente" propre aux différentes doses des pellicules (figure 4.10), telle que : $\text{densité} = \frac{\text{poids}}{\text{épaisseur}} \text{ (g. } \mu\text{m}^{-1}\text{)}$.

On n'observe pas d'évolution significative de la densité de la pellicule C en fonction de la dose entre N et 2,5N. (Nous n'avons pas calculé de densité pour 0.5, car la pellicule n'est pas continue à cette dose-là.) Pour la pellicule A, au contraire, on constate que la densité est fonction de la dose appliquée et que la densité la plus forte est obtenue pour la dose 1,5N.

Les variations de densités en fonction de la dose appliquée sont susceptibles d'avoir des répercussions sur les propriétés de diffusion des pellicules (Kader *et al.* 1989).

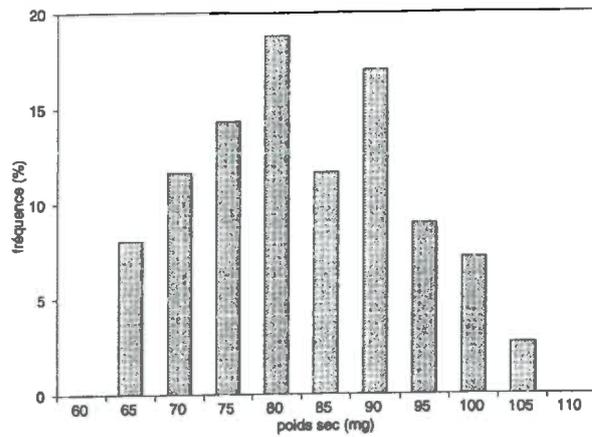


figure 4. 11 : Distribution des poids secs au sein d'un échantillon de 112 billes de silice non-traitées.

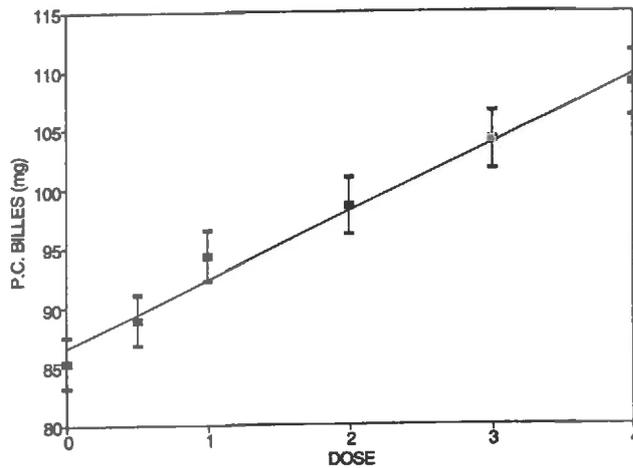


figure 4. 12 : Relations entre les doses nominales et les poids moyens d'échantillons de 20 billes de silice pelliculées, pour la pellicule B. La relation présentée concerne des poids frais à l'humidité de conservation (environ 3.95 %).

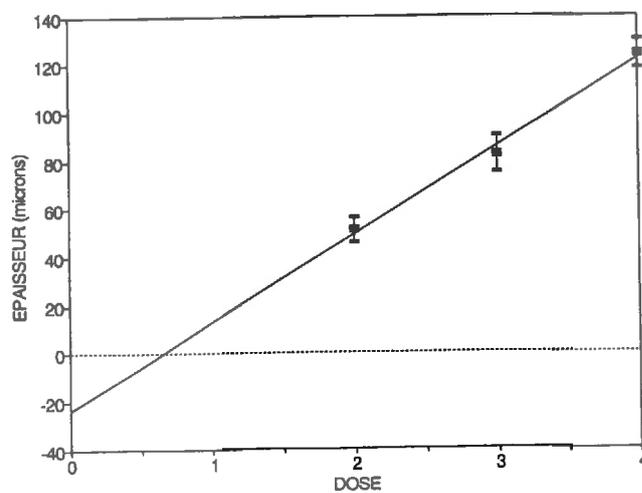


figure 4. 13 : Relations entre les doses nominales et les épaisseurs des pellicules appliquées sur billes de silice, pour la pellicule B.

1.3. Les billes de silice nues et pelliculées

1.3.1. Poids sec des billes de silice

La gamme de variation des poids secs déterminés sur 112 billes de silice nues s'étend de 60 à 104 mg. La distribution des poids secs peut être approximée par une loi normale d'espérance 80,2 et d'écart type 10,5 (figure 4.11, même raisonnement que pour les semences de maïs). Le poids sec moyen des billes de silice est donc compris dans l'intervalle [78,3; 82,1], avec une probabilité de 95 %.

1.3.2. Poids sec des pellicules

La relation entre le poids frais moyen des billes pelliculées et la dose appliquée est linéaire entre 0 et 4N (figure 4.12), ce qui implique que le poids des pellicules appliqué est proportionnel à la dose dans toute cette gamme de traitement. Il semblerait donc qu'il n'y ait pas de problème d'adhésion de la pellicule B sur les billes de silice, même aux faibles doses.

Les résultats des calculs de poids secs de pellicule sont présentés dans le tableau 4. 3.

dose	0.5	N	2N	3N	4N
poids de pellicule (mg)	2,8	5,6	11,1	16,7	22,2

tableau 4. 3 : Poids sec de pellicule appliquée sur billes de silice (pellicule B)

1.3.3. Epaisseur des pellicules

Les observations au M.E.B. réalisées pour les doses 2N, 3N, 4N montrent que la variabilité des épaisseurs de pellicules appliquées sur billes de silice est beaucoup plus faible que lorsque celles-ci sont appliquées sur des semences. Dans la gamme étudiée, la relation entre la dose appliquée et l'épaisseur des pellicules mesurées est linéaire ; l'ordonnée à l'origine de la droite de régression est significativement négative (figure 4.13).

Dans le cas particulier des billes de silice qui sont très poreuses, la valeur négative de l'ordonnée à l'origine pourrait révéler l'absorption d'une quantité non négligeable de pellicule par les billes. Cette hypothèse est cependant difficile à confirmer par des observations au M.E.B., car les contrastes à l'interface des deux milieux sont peu marqués.

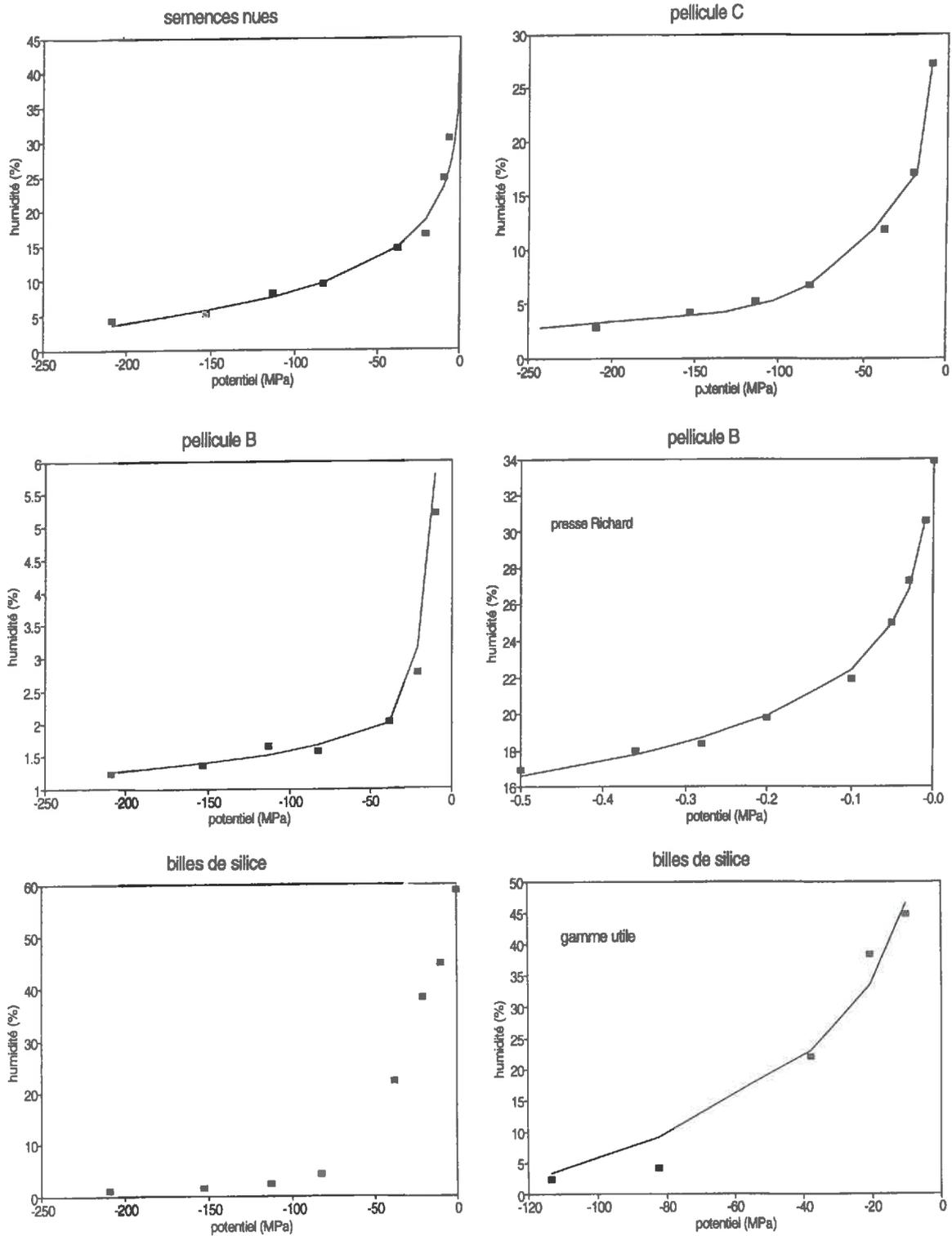


figure 4. 14 : Relations entre potentiel hydrique et humidité pour les semences de maïs, pour les billes de silice et pour les pellicules B et C. Les marques représentent les humidités mesurées, les lignes continues représentent les humidités ajustées.

2. Propriétés hydriques

2.1. Propriétés d'absorption

Les propriétés d'adsorption des différents matériaux analysés sont représentées sous forme de courbes (figure 4.14), où l'humidité, exprimée en %, est fonction du potentiel (en MPa). L'absence d'intervalles de confiance relatifs aux différentes données est justifiée par la faible variabilité des humidités mesurées. En effet, les écart-types sont compris entre 0.06 et 0.90%, et les dimensions des intervalles de confiance correspondants sont souvent inférieures à la taille des symboles utilisés dans les graphiques.

Néanmoins, dans certains cas particuliers, on constate que les humidités mesurées varient de façon monotone (augmentent ou diminuent) en fonction du rang de la pesée. Cette évolution peut être due à une prise d'eau ou à une perte d'eau liée au changement de l'humidité relative de l'air associée à l'ouverture des bouches. Il paraît nécessaire de diminuer l'intervalle de temps entre l'ouverture des bouches et les mesures.

Les conditions de mesures particulières de la pellicule B (les humidités des billes des étages supérieurs ayant été déterminés une semaine avant celles des billes des étages inférieurs), et les différences observées entre les humidités moyennes de ces deux séries, ne permettent pas d'affirmer avec certitude que l'équilibre était atteint. Les données présentées concernant la gamme de potentiels $[-210; -10]$ MPa ne peuvent donc pas donner lieu à des interprétations quantitatives sans être vérifiées ; le seuil de variation des poids humides des billes pelliculées doit être reconsidéré.

Différentes fonctions analytiques ont été ajustées sur les résultats expérimentaux. Pour les semences et les billes de silice, les formules choisies sont de type exponentiel. Pour la pellicule B, l'ajustement de la relation $\psi = f(\omega)$ est réalisé par deux courbes exponentielles valables sur des domaines de potentiels complémentaires. Enfin, contrairement aux 3 cas précédents, la courbe de rétention en eau de la pellicule C ne peut être représentée de manière satisfaisante par une courbe exponentielle ; la formule utilisée pour l'ajustement (voir tableau 4. 5) donne de très bons résultats dans la gamme d'humidité $[2,9; 27,1]$ %, mais ne permet pas d'extrapoler les valeurs de potentiels pour des humidités plus élevées (existence d'un point d'inflexion de la courbe ajustée vers 27 %).

Les résultats des différents ajustements sont résumés dans les tableaux 4. 4 et 4. 5 :

	gamme de ψ (MPa)	c	d	R ²
semences	[-210; -10]	-377	-15.5	0.976
pellicule B	[-210; -38]	-3340	-223	0.922
	[-38; -0.01]	-49.8	-27.2	0.995
billes de silice	[-120; -10]	-139	-5.6	0.965

tableau 4. 4 : Ajustements de type $\psi = c \cdot \exp(d \cdot \omega)$ avec ψ en MPa et ω en g. g⁻¹

	gamme (%)	a ₀	a ₁	a ₂	a ₃	a ₄	R ²
pellicule C	[2,9; 27,1]	-7,68	80,85	-413,23	443,24	298,92	0.993

tableau 4. 5 : Ajustement avec ψ en cm et ω en g. g⁻¹:

$$\text{formule : } \ln\left(\frac{\psi}{2,3}\right) = pF = a_0 + a_1 \log_{10}(\omega) + a_2 \omega + a_3 \omega^2 + a_4 \omega^3$$

Les courbes de rétention en eau ainsi définies et associées à des données de porosimétrie au mercure permettent de définir des domaines de potentiels relatifs à différents degrés de saturation des pellicules. En effet, la conversion des porosités totales des pellicules en humidités théoriques à saturation (calcul effectué sous l'hypothèse d'une absence de gonflement) et/ou la conversion des diamètres des pores les plus importants en potentiels, aboutissent à la définition de domaines de potentiels où la pellicule présente des risques élevés de saturation en eau. Dans cette plage de potentiels, les transferts de gaz respiratoires entre une semence pelliculée et son milieu d'implantation peuvent donc être ralentis de manière significative. Nous avons défini les potentiels ψ_{80} pour lesquels 80% de la porosité des pellicules est saturée, car on peut admettre qu'à partir de ces seuils il y a rupture de la continuité des films d'air dans un milieu (Touma *et al.*, 1984). Ainsi, au dessus de ψ_{80} , la respiration d'une semence pelliculée peut être ralentie.

Les différents domaines de potentiels définis pour les pellicules B et C sont résumés dans le tableau 4. 6 où ω_{sat} et ψ_{sat} correspondent aux limites inférieures des domaines de saturation théoriques.

On notera surtout que la pellicule C est susceptible d'être saturée en eau dans des conditions plutôt sèches ($\psi_{\text{sat}} < -10$ MPa).

	ω_{sat} (%)	ψ_{sat} (MPa)	ψ_{80} (MPa)
pellicule B	18	-0,36	-2,5
pellicule C	29	<-10,0	-15,0

tableau 4. 6 : Domaines théoriques d'humidités et de potentiels pour lesquels les pellicules B et C peuvent gêner les transferts d'eau et de gaz vers les semences.

2.2. Mouillabilité

Les valeurs des différents angles de contact mesurés sur semences nues et pelliculées sont présentées dans le tableau 4. 7.

Il est intéressant de noter que le tégument des semences nues est hydrophobe, alors que la surface des 3 pellicules est hydrophile. Pour les pellicules B et C, les mesures réalisées montrent que la mouillabilité d'une pellicule dépend de la dose à laquelle elle a été appliquée. Ces variations sont probablement liées à des différences de micro-rugosité de surface ; elles rendent difficile les comparaisons des propriétés de mouillabilité.

	dose	θ moyen (°)	écart type (°)
semences nues		120.9	3.8
pellicule A	2N	45.0	3.3
pellicule B	N	32.7	4.7
	4N	46.1	3.3
pellicule C	N	46.6	1.9
	2.5N	55.2	4.3

tableau 4. 7 : Valeurs de l'angle de raccordement liquide-solide (θ) pour une goutte d'eau appliquée à la surface de semences de maïs non-traitées ou pelliculées.

2.3. Stabilité mécanique

2.3.1. En phase gazeuse

La structure des pellicules évolue au cours de l'imbibition des semences pelliculées en phase gazeuse ; les modifications observées (et leur cinétiques) varient en fonction du polymère (et de la dose appliquée).

La pellicule A étant de nature élastique, on peut penser qu'elle s'étire sous l'effet du gonflement des semences, mais sa présentation sous forme "transparente" rend toute observation très difficile. La pellicule B développe un réseau de fissures assez dense, (la vitesse d'extension dépend de l'épaisseur appliquée). La pellicule C se fissure le long d'un axe unique.

Les différences de comportement des pellicules B et C peuvent être liées à la nature des pellicules, et à la qualité du contact semence-pellicule. Ainsi, la multiplication des points de rupture de la pellicule B, semble indiquer l'existence de forces d'adhésion importantes à l'interface semence-pellicule. Pour la pellicule C, l'existence d'un axe de fissuration unique semble résulter de la capacité de la pellicule à glisser à la surface de la semence en expansion ; elle est donc probablement liée à un faible degré d'adhérence de la pellicule.

Dans le cadre de cette analyse, les formes (et les cinétiques) de fissuration des pellicules peuvent être considérées comme des indicateurs intéressants de la qualité du contact semence-pellicule.

2.3.2. En phase liquide

Le comportement des pellicules en présence d'eau liquide a été décrit lors de la présentation des protocoles d'imbibition. Pour rappel :

- la pellicule B se fissure et se détache en formant des morceaux insolubles ;
- la pellicule C se dissout.

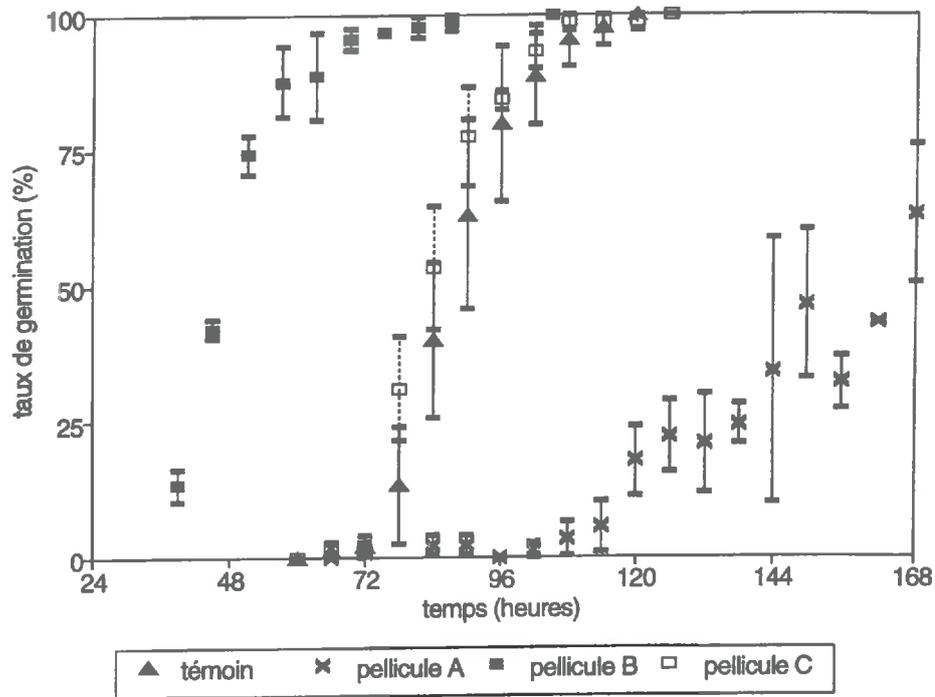


figure 4. 15 : Cinétiques de germination dans l'air des semences de maïs non-traitées (témoins) et pelliculées

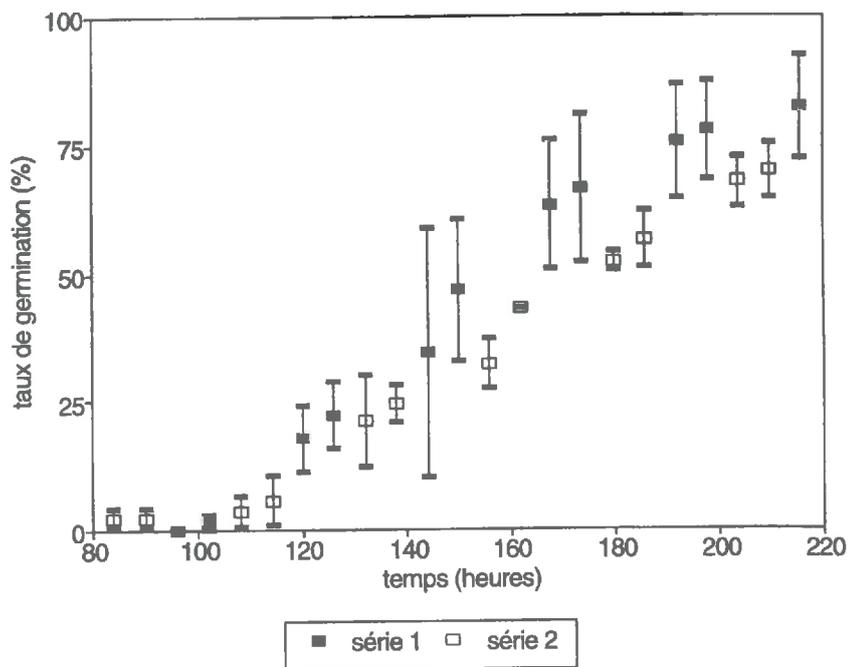


figure 4. 16 : Cinétiques de germination dans l'air de semences traitées avec la pellicule A. Les dates de préparation des séries 1 et 2 sont décalées de 12 heures.

B. Effet des pellicules sur la germination pour différentes concentrations de l'atmosphère en O₂ et CO₂

Nous avons étudié l'influence de différentes conditions atmosphériques sur la germination de semences de maïs non-traitées et traitées avec les pellicules A, B et C. Les résultats sont présentés sous forme de courbes de germination et/ou sont synthétisés par le T50. Les courbes de germination donnent une idée complète de l'évolution de la germination des différents échantillons. Dans certains cas cependant, les courbes ne représentent qu'une partie de la germination. Ces cinétiques tronquées correspondent à des cinétiques plus lentes, pour lesquelles le développement de microorganismes (bactéries et champignons) pouvait interférer de manière non-négligeable avec les effets sur les transferts de gaz que nous voulions tester. Le T50, temps au bout duquel 50 % des semences d'un échantillon ont germé, est un indice synthétique qui permet des comparaisons aisées de cinétiques. Les résultats présentés dans le texte principal sont complétés par les courbes de germination de l'annexe 2.

1. Cinétiques de germination dans l'air

Les cinétiques de germination de semences nues et pelliculées dans l'air sont présentées sur la figure 4.15. Nous pouvons observer que les pellicules A, B et C ont des effets très variables sur la germination des semences.

La pellicule B accélère la germination. Le T50 des semences traitées avec B devance de 42 heures environ (presque 2 jours) le T50 des semences témoin.

La pellicule C n'a pas d'effet significatif sur la vitesse de germination.

La pellicule A a un effet négatif sur la vitesse de germination des semences. Le T50 des semences pelliculées apparaît avec un retard d'environ 72 heures (3 jours) par rapport à celui des semences témoin. Pour cette pellicule, nous observons un décalage systématique des taux de germination des séries 1 et 2, qui ont été préparées à 12 heures d'intervalle (figure 4.16.). Les tailles des intervalles de confiance sur les taux moyens de germination de la série 1 sont toujours plus grandes que celles de la série 2.

Les pellicules A, B et C ont donc des effets très différents sur la germination des semences de maïs. Pour comprendre leur mode d'action, nous avons cherché à relier les effets observés aux propriétés physiques des pellicules. Nous avons tenté de découpler les effets liés aux transferts de gaz respiratoires des effets liés à l'imbibition des semences. Pour ce faire, nous avons étudié le comportement de semences non-traitées et pelliculées dans des atmosphères de compositions différentes pour des conditions d'imbibition invariables.

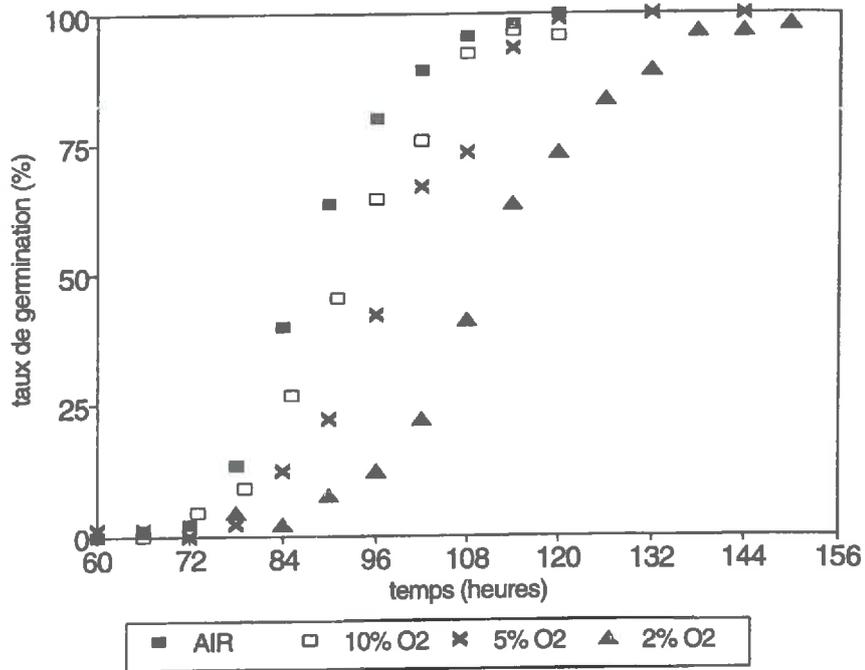


figure 4. 17 : Influence de la concentration de l'atmosphère en O₂ sur les cinétiques de germination de semences non-traitées.

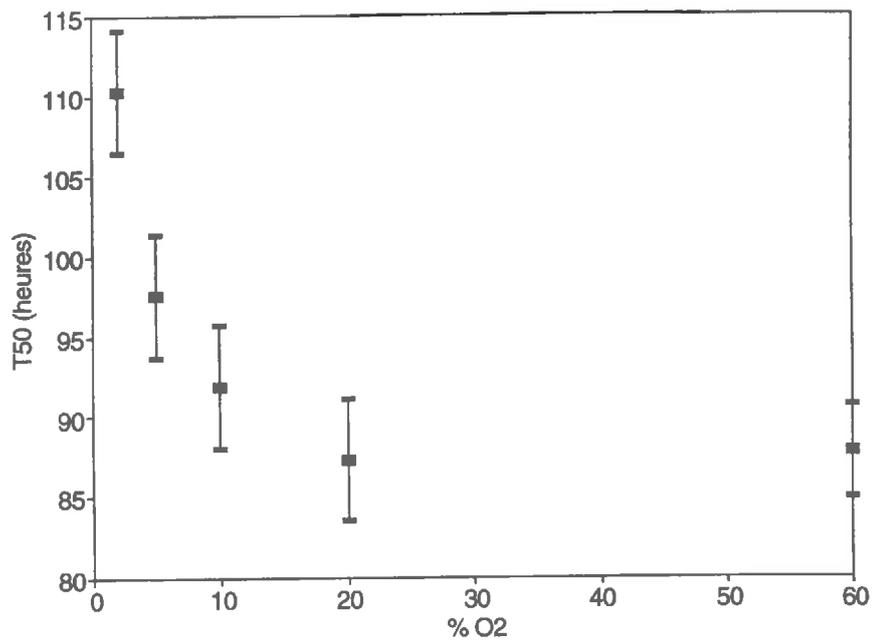


figure 4. 18 : Influence de la concentration de l'atmosphère en O₂ sur le temps au bout duquel 50% des semences non-traitées ont germé (T50).

2. Sensibilité de la germination aux conditions d'alimentation en O_2

2.1. Semences nues

Les résultats des cinétiques de germination réalisées pour des concentrations en O_2 inférieures (10, 5 et 2%) et supérieures (60%) à la concentration dans l'air sont présentées sur les figures 4.17 et 4.18. Ces résultats montrent que la vitesse de germination des semences de maïs diminue avec les baisses de la concentration en O_2 . La vitesse de germination est d'autant plus sensible aux variations de $[O_2]$ que les conditions s'écartent de 20%.

Inversement, au delà de 20 %, la vitesse de germination des semences nues n'est pas affectée par une augmentation de la $[O_2]$.

Nos résultats sont en accord avec les résultats de Raymond (communication personnelle, 1995), qui montrent dans ces conditions d'imbibition, la COP des semences de maïs de la variété Dea se situe autour de 20 %.

2.2. Semences pelliculées

Pour des conditions d'alimentation en O_2 limitantes, la vitesse de germination des semences pelliculées présente des variations en fonction de la $[O_2]$ semblables à celles des semences nues pour les pellicules B et C (figures 4.19 b et c). La comparaison des différences entre les T50 des semences témoins et des semences pelliculées (figure 4.20), montre que la sensibilité de la germination n'est pas affectée par la présence d'une pellicule. On peut cependant noter que pour la pellicule B, les intervalles de confiance sur T50 augmentent avec la diminution de la $[O_2]$. Ils sont inférieurs à ceux des semences nues à 20% d' O_2 , mais sont supérieurs à 2% d' O_2 .

De part son mode de calcul, l'intervalle de confiance sur le T50 dépend des incertitudes concernant les pourcentages moyens de germination aux environs du T50, mais il est également fonction de la pente de la droite de régression entre le temps et le pourcentage de germination. En général, ces deux paramètres varient dans le même sens. Ainsi, une augmentation d'intervalle de confiance d'un T50 reflète souvent une augmentation de l'étalement des germinations des semences. La pellicule B entraîne donc des modifications de l'étalement des vitesses de germination des semences. Dans l'air, ces modifications vont dans le sens d'une baisse de la variabilité ; cet effet diminue en conditions d'alimentation en O_2 plus limitantes, et semble s'inverser autour de 3% d' O_2 .

La sensibilité à l' O_2 de la germination des semences traitées avec la pellicule A est supérieure à celle des semences nues (figure 4.19 c). La comparaison des différences entre les T50 (figure 4.20) montre que les semences pelliculées A sont affectées de manière plus importante par la

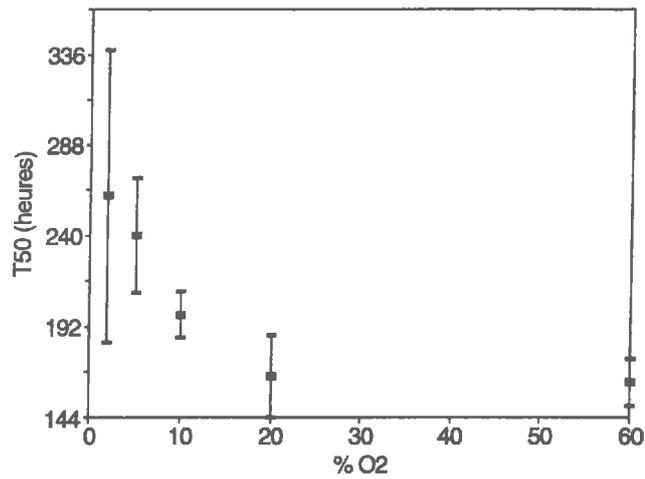


figure 4. 19. a : traitement A

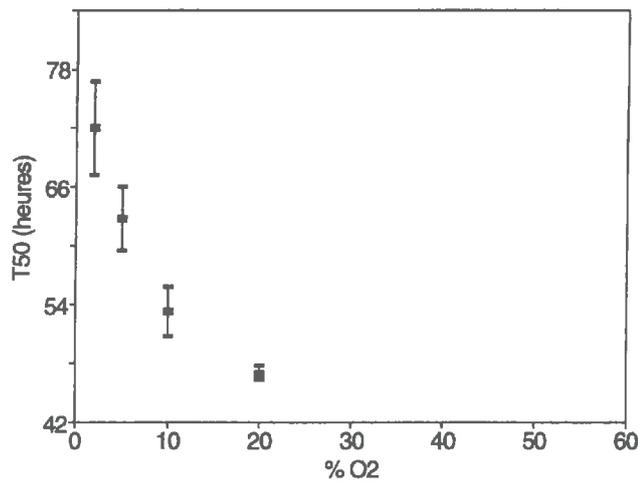


figure 4. 19. b : traitement B

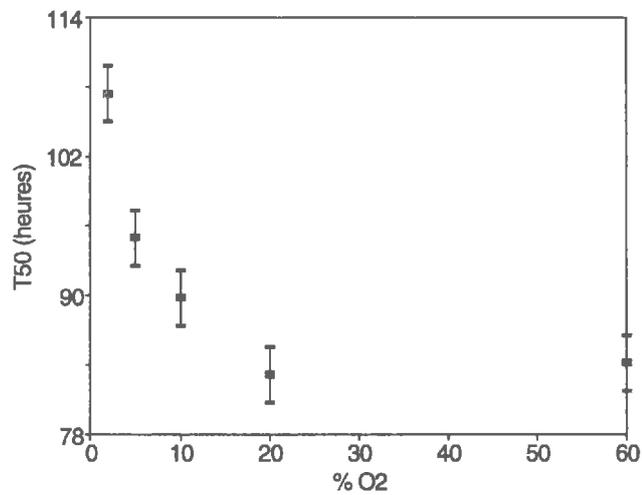


figure 4. 19. c : traitement C

figure 4. 19 : Influence de la concentration de l'atmosphère en O₂ sur le temps au bout duquel 50% des semences ont germé (T50).

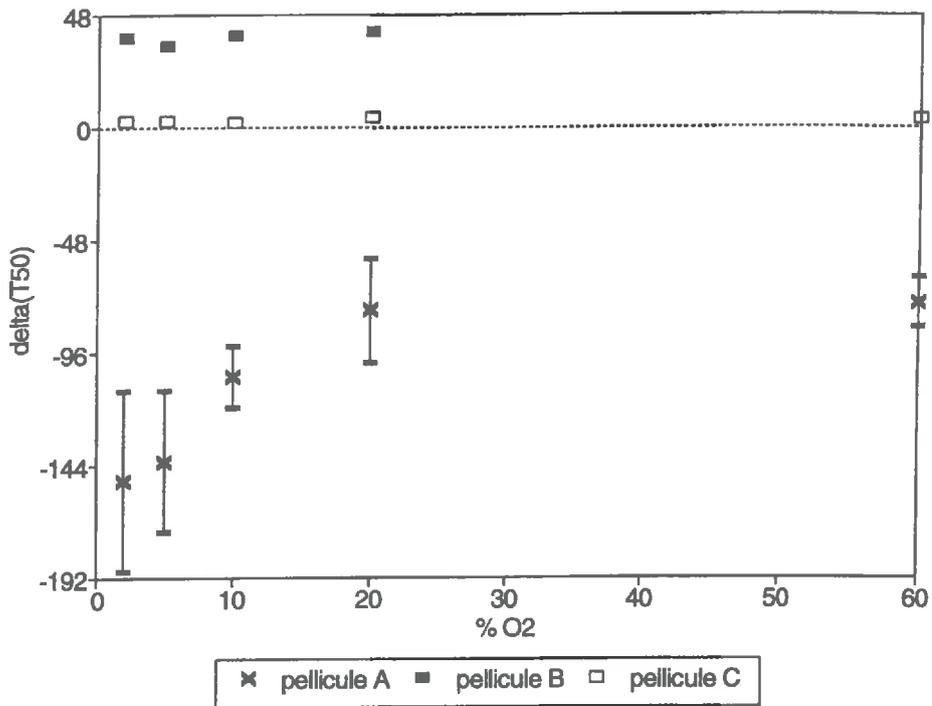


figure 4. 20 : Influence de la concentration de l'atmosphère en O₂ sur les différences de T50 des semences nues et pelliculées (delta(T50)).

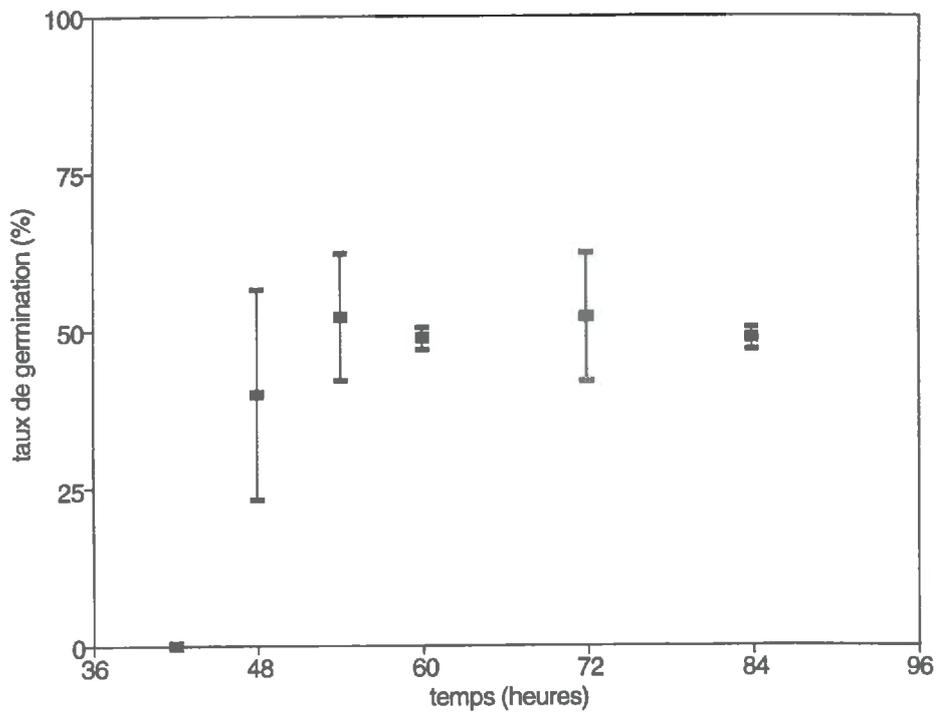


figure 4. 21 : Cinétiques de germination de semences traitées avec la pellicule B dans une atmosphère contenant 60% d'O₂.

diminution de la $[O_2]$ que les semences nues. Tout se passe comme si la $[O_2]$ au niveau des semences pelliculées A était inférieure à celle de l'atmosphère environnante. La pellicule A semble donc limiter les transferts d' O_2 vers les semences. On note également que les intervalles de confiance sur T50 sont toujours supérieurs à ceux des semences nues et qu'à partir de 10% d' O_2 , toute baisse de la $[O_2]$ est associée à une augmentation de la taille des intervalles de confiance sur T50. Cette augmentation peut être liée à l'accroissement du temps de germination et à l'augmentation de la pression parasitaire.

L'augmentation de la $[O_2]$ de 20 à 60 % n'a pas de conséquences sur les cinétiques de germination des semences nues et traitées pour les pellicules A et C, mais elle a des effets très négatifs sur les cinétiques de germination pour la pellicule B (figure 4.21). Dans cette configuration, le taux maximum de germination ne dépasse pas 50%. En présence de concentration élevées en O_2 , la pellicule B semble donc avoir un effet toxique sur les semences de maïs. Cet effet négatif peut résulter de la dégradation d'un ingrédient de la pellicule en un ou plusieurs sous-produits toxiques. On trouve dans la bibliographie des descriptions de phénomènes similaires, liés à l'incorporation de peroxydes de calcium dans des enrobages (Brocklehurst et Dearman, 1983 ; Leaver et Roberts, 1984). Une partie des peroxydes de Ca est dégradée en peroxydes d'hydrogène et hydroxyde de Ca, qui se révèlent toxiques au delà d'une certaine dose. Les peroxydes d'hydrogène ayant par ailleurs des propriétés bactériostatiques (Leaver et Roberts, 1984), on peut penser que le mode d'action de la pellicule est lié à un produit biocide présent dans la formulation.

3. Cinétiques de germination en présence de CO_2

3.1. Semences nues

L'influence de 5% de CO_2 sur les cinétiques de germination des semences est fonction des conditions d'alimentation en O_2 (figures 4.22 a et b). Les écarts observés entre les taux moyens de germination dans l'air et dans l'air enrichi en CO_2 (20% O_2 +5% CO_2) sont de l'ordre de grandeur de la variabilité expérimentale observée. L'effet du CO_2 à 20 % d' O_2 paraît donc négligeable.

Lorsque l'atmosphère est appauvrie en O_2 (5% d' O_2), la présence de 5% de CO_2 entraîne une légère diminution de la vitesse de germination. Cependant l'augmentation du T50 est d'environ 5 heures. Elle est donc du même ordre de grandeur que la variabilité expérimentale, mais semble néanmoins significative.

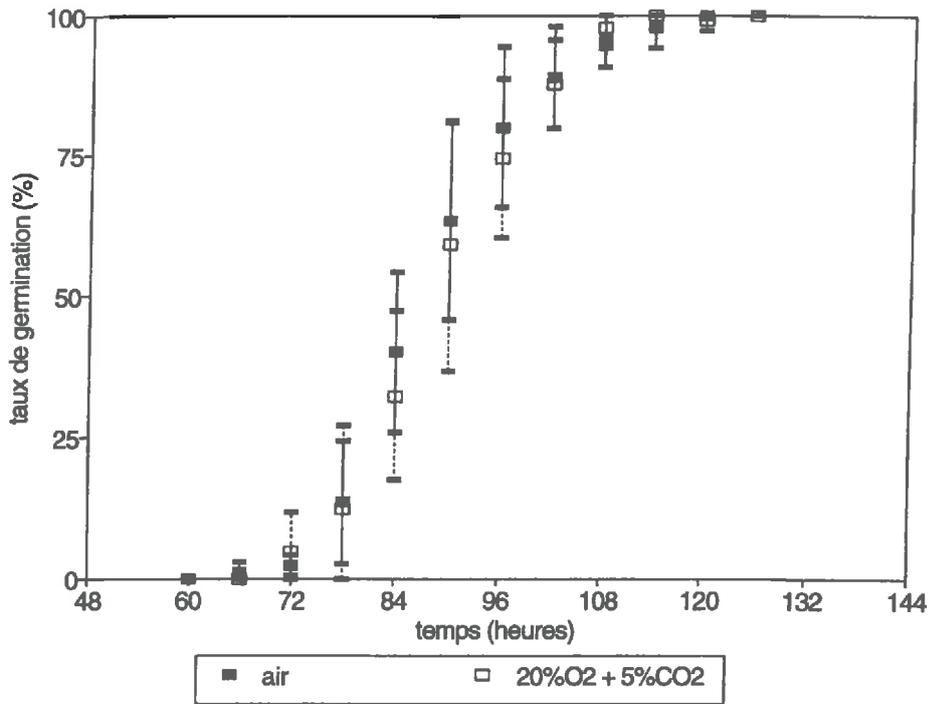


figure 4. 22. a : Influence du CO₂ sur la germination de semences non-traitées, lorsque l'atmosphère contient 20 % d'O₂.

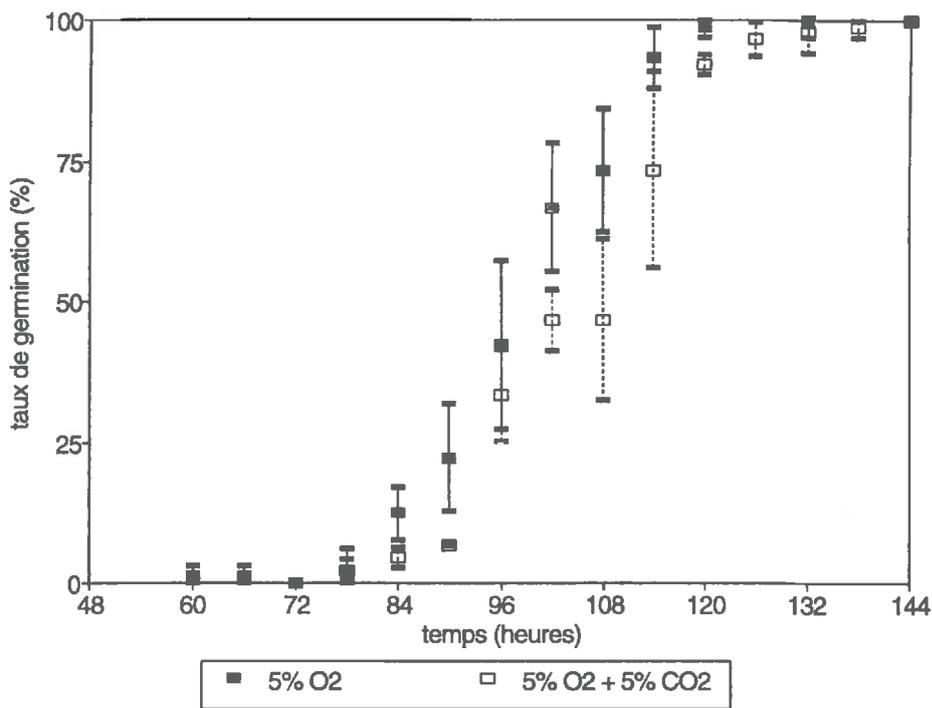


figure 4. 22. b : Influence du CO₂ sur la germination de semences non-traitées, lorsque l'atmosphère contient 5% d'O₂.

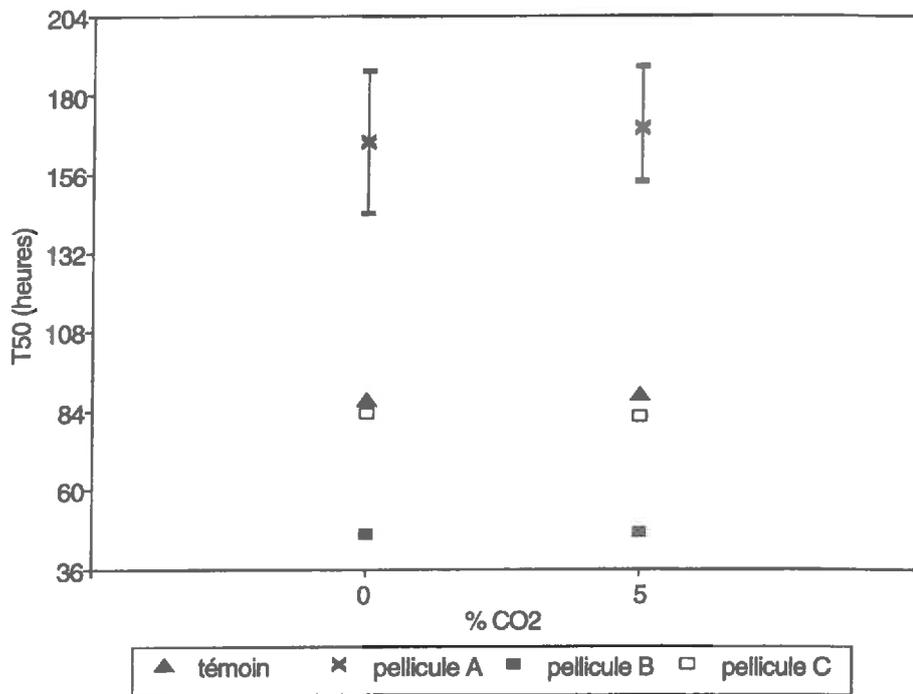


figure 4. 23. a : Influence du CO_2 sur le T50 de semences non-traitées et pelliculées, lorsque l'atmosphère contient 20% d' O_2 .

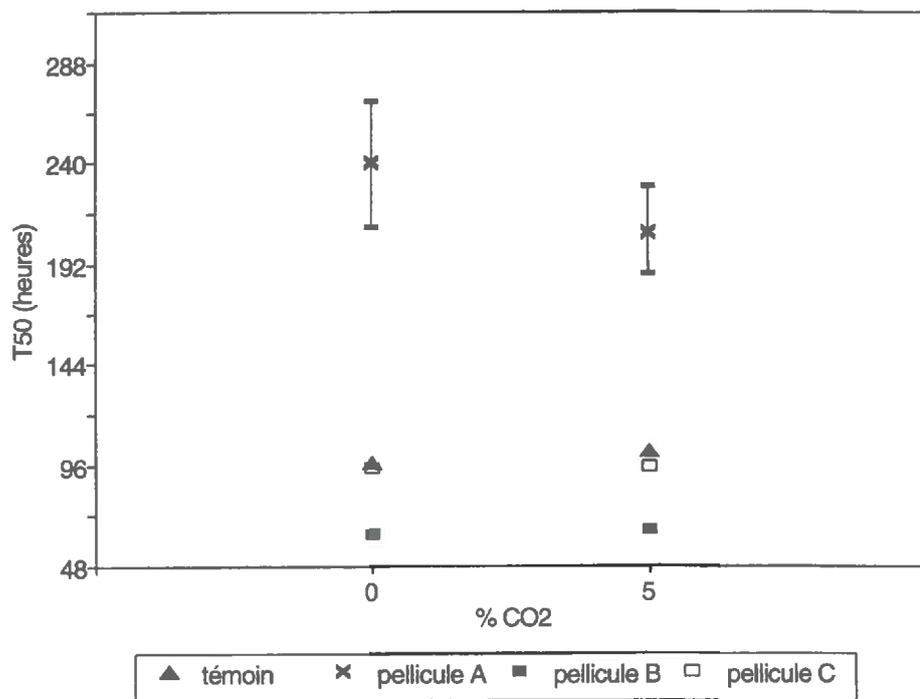


figure 4. 23. b : Influence du CO_2 sur le T50 de semences non-traitées et pelliculées, lorsque l'atmosphère contient 5% d' O_2 .

3.2. Semences pelliculées

De même que pour les semences nues, la présence de 5% de CO_2 dans l'atmosphère contenant 20 % d' O_2 est sans conséquences sur les cinétiques de germination de semences pelliculées pour les pellicules B et C. Les différences de T50 des semences témoins et des semences pelliculées B et C ne sont pas affectées par la présence de CO_2 (figure 4.24 a).

Lorsque la concentration en O_2 est réduite à 5%, la germination de ces mêmes semences pelliculées est légèrement ralentie en présence de 5% de CO_2 . Les réductions des vitesses de germination des semences pelliculées sont équivalentes à la réduction de la vitesse de germination des semences témoins dans les mêmes conditions. On n'observe pas d'effet du CO_2 sur les différences de T50 des semences témoins et des semences pelliculées B et C (figure 4.23 b).

Pour la pellicule A et pour 20% d' O_2 (figure 4.23 a), l'effet du CO_2 apparaît négligeable par rapport aux phénomènes qui entraînent les décalages systématiques des séries 1 et 2 (grands intervalles de confiance du T50). En présence de 5% d' O_2 , le CO_2 a pour effet d'augmenter la vitesse de germination (diminution du T50 moyen de 12 heures environ), et de diminuer l'intervalle de confiance sur le T50 (figure 4.23 b). Ces effets sont contraires aux évolutions observées pour les semences nues et pelliculées B et C. Ils pourraient être liés à un effet fongistatique du CO_2 .

Conclusion-Discussion :

L'étude de la germination des semences de maïs non-traitées et recouvertes des pellicules A, B C a montré que les pellicules ont des effets très variables.

La pellicule A retarde la germination, la pellicule B l'accélère, et la pellicule C n'a pas d'effet. Le mode d'action de la pellicule A semble en partie lié à des propriétés limitées de transferts de l' O_2 . Il est aussi dû pour partie à l'effet de la pellicule A sur l'imbibition comme nous le montrons dans la partie C de ce même chapitre.

Les mécanismes par lesquels la pellicule B accélère la germination des semences de maïs pour des concentrations en O_2 inférieures ou égales à 20% ne semblent pas liés à des propriétés de transferts de gaz de la pellicule. L'effet positif de la pellicule B sur la germination pourrait en revanche s'expliquer par une imbibition plus rapide des semences. Celle-ci résulterait d'une augmentation de la surface de transfert en phase liquide suite à des mouvements ascendants d'eau liquide au sein de la pellicule. Nous avons en effet observé un changement de teinte de la pellicule B qui semble indiquer une saturation rapide de la pellicule par l'eau.

La pellicule C n'a pas d'effet sur la germination des semences de maïs, et ne semble pas avoir d'effet sur les transferts de gaz respiratoires.

Dans le cas des pellicules B et C, l'absence d'effet apparent des pellicules sur les transferts de gaz respiratoires peut paraître étonnante, car on se situe dans des domaines de potentiels proches de zéro où les pellicules présentent des risques élevés de saturation en eau (voir partie A). On peut penser qu'à la faveur des réseaux de fissures qui se développent dans la pellicule (partie A), la majorité des transferts de gaz respiratoires se fait directement entre la semence et l'atmosphère environnante et ne passe pas à travers les pellicules.

Dans l'annexe 3, nous proposons quelques ordres de grandeur des coefficients de diffusion de l' O_2 au sein des pellicules et nous évaluons leurs conséquences sur la baisse de la $[O_2]$ à l'interface semence-pellicule. Nos calculs montrent que cette baisse pourrait dépasser 5%. En particulier, pour des pellicules assimilables à des poreux saturés ou à des films plastiques, de tels écarts de concentration en O_2 entre l'atmosphère et l'interface semence-pellicule pourraient apparaître pour des épaisseurs de pellicules supérieures à environ 50 μm .

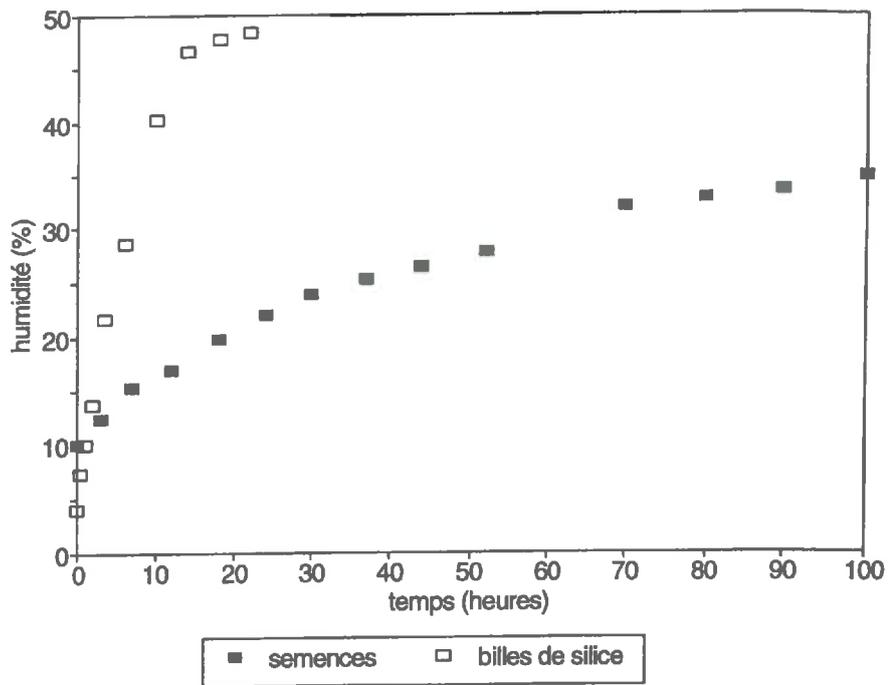


figure 4. 24 : Cinétiques d'imbibition en phase gazeuse (humidité relative : 100%) de semences de maïs et de billes de silice non traitées.

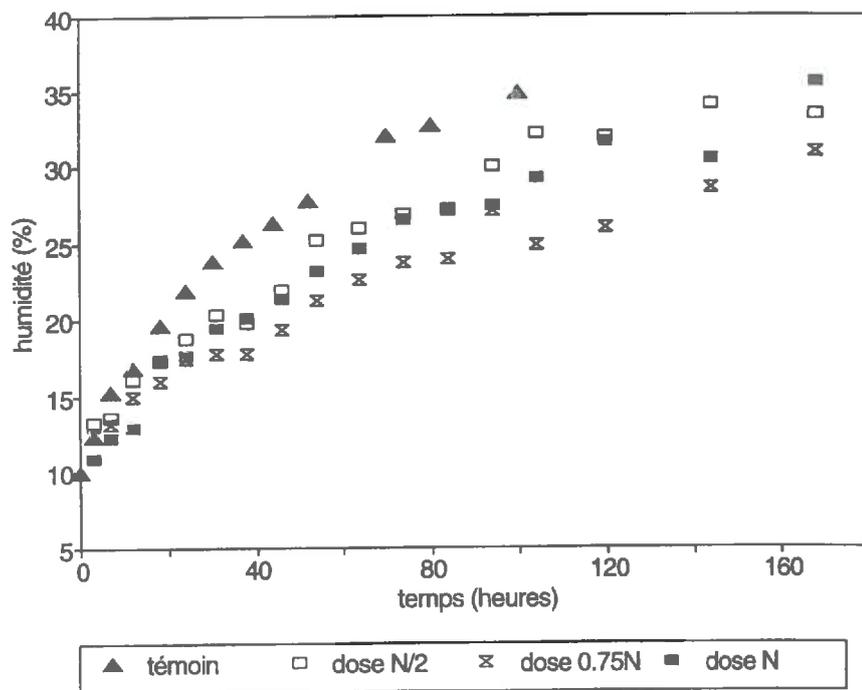


figure 4. 25 : Cinétiques d'imbibition en phase gazeuse (humidité relative : 100%) de semences de maïs non traitées (témoin) et traitées aux doses N/2, 0.75N et N de la pellicule A.

C. Influence des pellicules sur l'imbibition des semences et des billes de silice

1. Cinétiques d'imbibition moyennes

Dans cette partie, nous présentons les résultats des cinétiques d'imbibition de semences et de billes de silice pour différents traitements et différentes conditions d'imbibition. Pour faciliter la lecture des graphiques, nous n'avons pas toujours présenté l'ensemble des données expérimentales. Les données qui n'apparaissent pas sur les figures sont présentées dans l'annexe 4. Leurs positions relatives par rapport aux cinétiques d'imbibition de semences non-traitées et/ou traitées avec d'autres doses de pellicules sont précisées dans le texte.

1.1. Imbibition en phase gazeuse

1.1.1. Imbibition des semences et des billes de silice en absence de pellicule

Lorsque les semences de maïs sont placées dans une atmosphère saturée en vapeur d'eau, elles gagnent environ 25% de leur poids sec en eau en 120 heures. Les billes de silice SP450 s'imbibent beaucoup plus rapidement puisqu'elles absorbent environ 45% de leur poids sec en 24 heures (figure 4.24).

Au vu de ces résultats expérimentaux et des résultats concernant l'étude des modèles, on peut penser que les billes de silice constituent un support intéressant pour évaluer les propriétés de transfert des pellicules. Elles présentent en effet une très faible résistance aux transferts d'eau. Elles sont d'autre part faciles à caractériser, ne gonflent pas au cours de l'imbibition et ne présentent pas de problème de conservation.

1.1.2. Pellicule A

La vitesse d'imbibition des semences traitées avec la pellicule A est toujours inférieure à celle des semences nues (figure 4.25). Les écarts d'humidité entre les semences nues et pelliculées à une date donnée dépendent de l'épaisseur de la pellicule, mais le retard pris par les semences pelliculées ne varie pas de façon monotone avec l'augmentation de l'épaisseur de la pellicule. Les retards sont maximum pour 0.75N et 1.5N, qui présentent des cinétiques presque confondues, et très proches de celle de 2N. Par contre entre 0.5, N et 2N on observe une augmentation progressive de l'effet de la pellicule : les cinétiques s'éloignent de celle des semences nues.

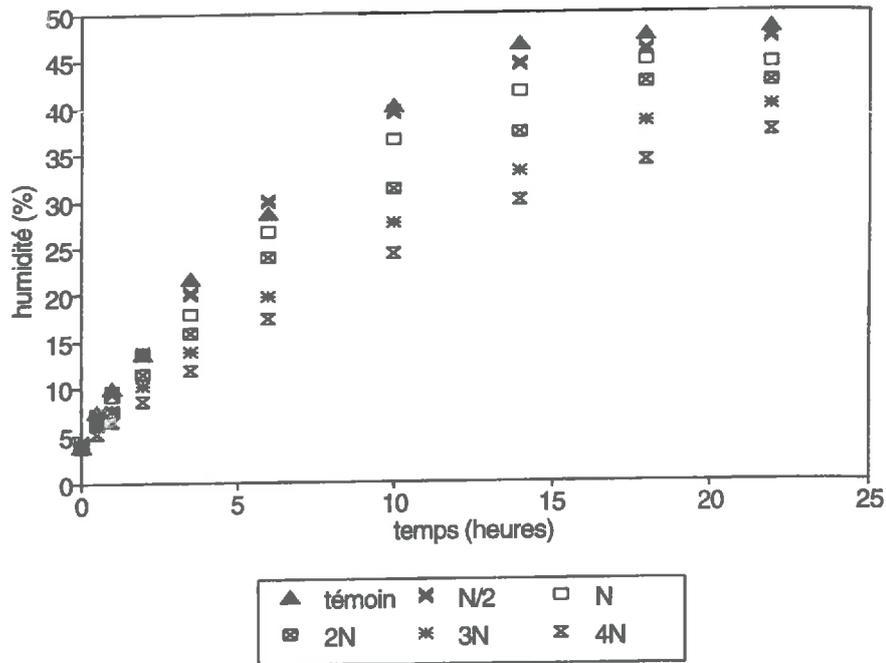


figure 4. 26 : Cinétiques d'imbibition en phase gazeuse (humidité relative : 100%) de billes de silice non traitées (témoin) et traitées aux doses N/2, N, 2N, 3N, 4N de la pellicule B.

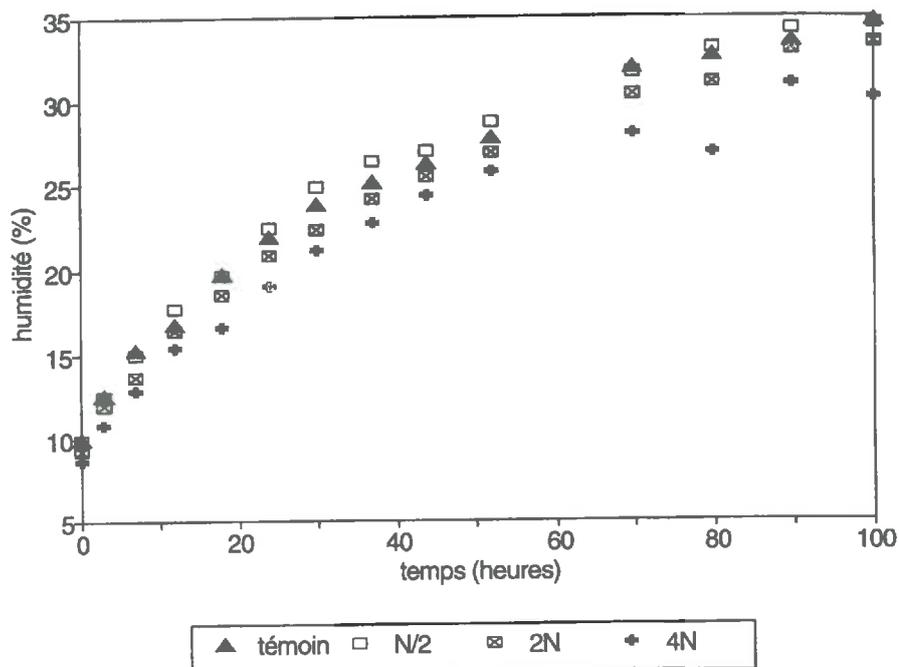


figure 4. 27 : Cinétiques d'imbibition en phase gazeuse (humidité relative : 100%) de semences de maïs non traitées (témoin) et traitées aux doses N/2, N et 2N de la pellicule B.

Une analyse plus fine des graphiques fait ressortir que les augmentations d'humidité ne sont pas régulières. Elles fluctuent autour de valeurs moyennes, et on peut observer localement des inversions de tendance au sein d'un même traitement ou entre les différents traitements.

Les résultats obtenus pour 0,75N et 1,5N ne peuvent être expliqués par des variations d'épaisseur, mais peuvent en revanche être liés à des variations de structure. En effet, nous avons vu que ces deux lots de semences n'ont pas été pelliculés en même temps que les trois autres, et que la densité de pellicule la plus importante a été observée pour la dose 1,5N. Pour ce traitement, des changements de structure ont donc pu avoir des répercussions sur les propriétés de transfert des pellicules. Pour la dose 0,75N, le comportement des semences pelliculées ne peut pas être relié de la même façon à des variations de densité, et ne trouve pas d'explications simples.

1.1.3. Pellicule B

a. Billes de silice pelliculées

Les billes de silice pelliculées présentent des retards importants à l'imbibition par rapport aux billes témoin non-traitées. Les retards augmentent avec la dose appliquée, et varient avec la durée d'imbibition (figure 4.26). Entre 10 et 15 heures d'imbibition, les retards sont maximum. Ils sont d'environ 2% d'humidité pour la dose 0.5, et augmentent jusqu'à presque 20% pour la dose 4N. La diminution des écarts d'humidité entre les billes non-traitées et les billes pelliculées au-delà de 15 heures d'imbibition semble liée à la convergence des différentes cinétiques vers un état d'équilibre identique pour les différents traitements (aux poids des pellicules et à leur humidité spécifique près).

b. Semences pelliculées

Les variations de vitesse d'imbibition liées à la pellicule B sont beaucoup plus faibles pour des semences de maïs que des billes de silice (figure 4.27).

La vitesse d'imbibition des semences traitées avec la pellicule B est légèrement supérieure à celle des semences nues pour les épaisseurs 0.5 et N, mais inférieure pour les autres traitements. De N à 4N, les écarts d'humidité entre les semences nues et pelliculées à une date donnée augmentent avec l'épaisseur de la pellicule, mais l'augmentation de la dose de pellicule entre 0.5 et N ne s'accompagne pas d'une variation de la vitesse d'imbibition des semences : leurs cinétiques sont presque confondues.

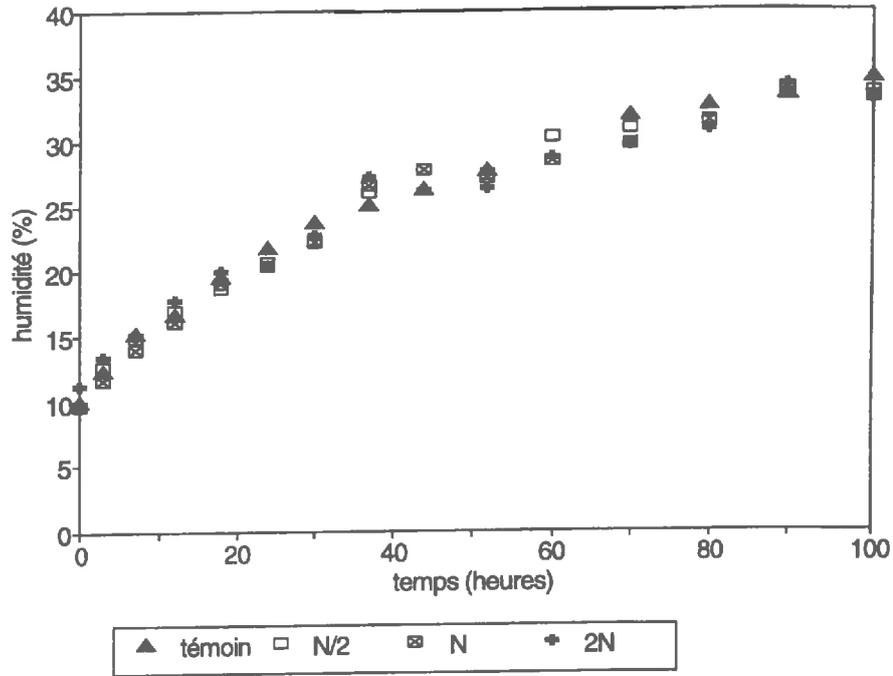


figure 4. 28 : Cinétiques d'imbibition en phase gazeuse (humidité relative : 100%) de semences de maïs non traitées (témoin) et traitées aux doses N/2, N, 2N de la pellicule C.

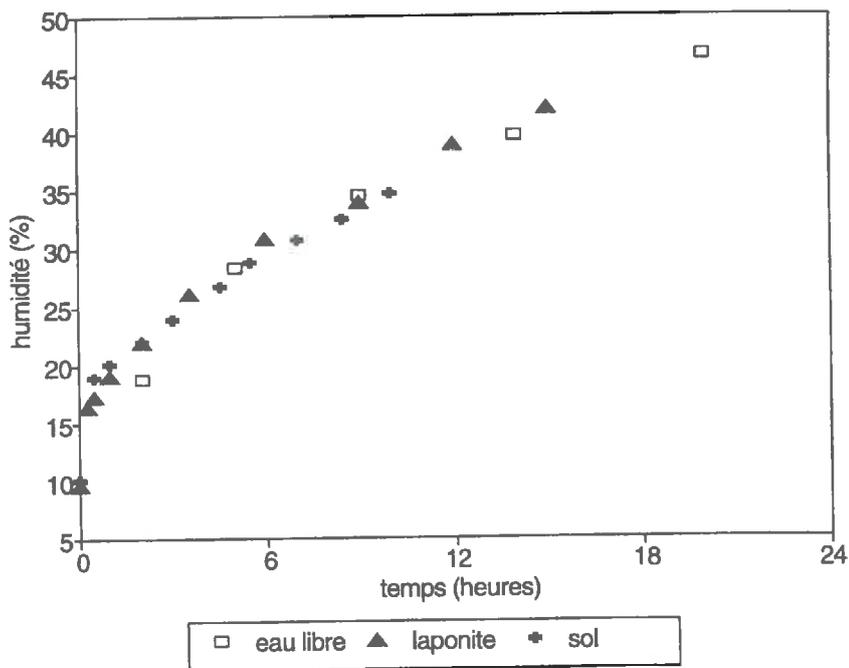


figure 4. 28 : Cinétiques d'imbibition en phase gazeuse (humidité relative : 100%) de semences de maïs non traitées en eau libre ($\psi = 0$) et dans la laponite (milieu géllosé à base d'hectorite de synthèse).

Ces différentes observations nous font penser que l'effet de la pellicule sur l'imbibition est la somme de deux effets antagonistes (l'un activateur et l'autre inhibiteur) et que leur influence respective varie avec l'épaisseur de la pellicule. L'absence d'écart entre les cinétiques correspondant aux doses 0.5 et N peut s'expliquer par les discontinuités des pellicules et par les quantités appliquées. En effet, nous rappelons que les poids moyens de pellicule mesurés sont équivalents pour ces 2 doses.

1.1.4. Pellicule C

On n'observe pas d'effet significatif de la pellicule C sur l'imbibition (figure 4.28). Nous faisons l'hypothèse que cette absence d'effet d'une pellicule pourtant hydrophile, est lié à son instabilité structurale, ainsi qu'à son faible degré de liaison avec le tégument de la semence. En effet, nous avons pu observer que cette pellicule se fissure le long d'un axe unique, qui se développe très tôt au cours de l'imbibition. La fissuration de la pellicule entraînerait donc la création d'un espace entre la pellicule et la semence, au niveau duquel différents mouvements d'air amèneraient la vapeur d'eau directement au niveau du tégument de semences. Les conditions d'imbibition des semences pelliculées seraient de ce fait très proches de celles des semences nues.

1.2. Phase liquide

1.2.1. Comparaison des 3 milieux d'imbibition

Les cinétiques d'imbibition dans la laponite et dans le sol de semences de maïs non-traitées se superposent de manière très satisfaisante sur les cinétiques d'imbibition réalisées en eau libre (figure 4.29). Les différences de potentiel entre l'eau et le milieu gelloso préparé à partir de laponite sont donc négligeables par rapport aux différences de potentiel entre l'eau et la semence, et les deux milieux testés permettent d'assurer une surface de transferts en phase liquide maximale.

La laponite et le sol constituent des milieux de substitution intéressants pour évaluer les propriétés de transferts d'eau liquide de pellicules, si celles-ci ne peuvent être testées dans une solution d'eau libre. La préparation du sol étant beaucoup plus coûteuse en temps et en matériel que la préparation de la laponite, le sol ne sera utilisé comme milieu d'imbibition qu'en dernier recours.

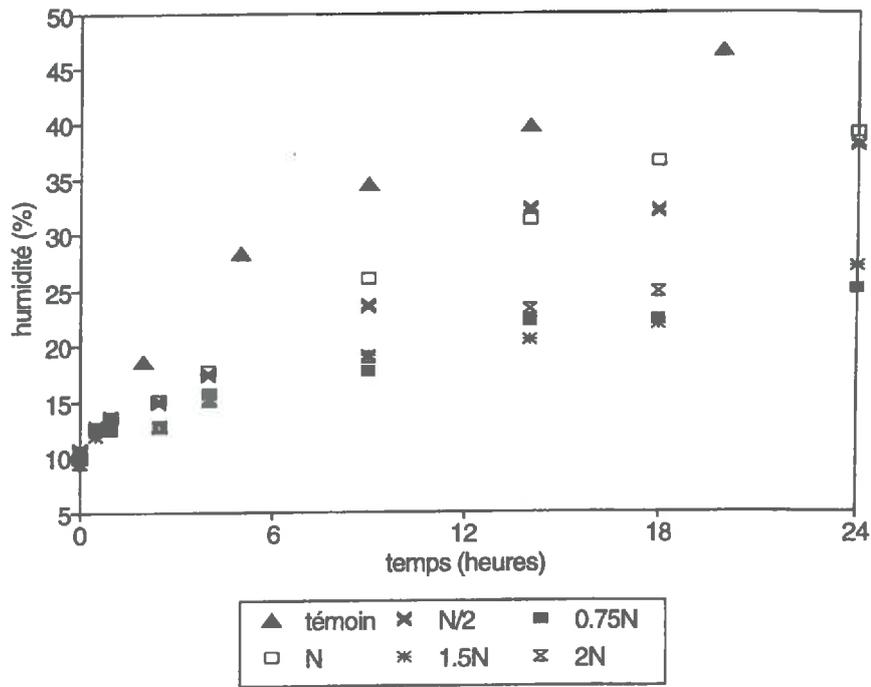


figure 4. 30 : Cinétiques d'imbibition en eau libre de semences de maïs non traitées (témoin) et traitées aux doses N/2, 0.75N, N, 1.5N et 2N de la pellicule A.

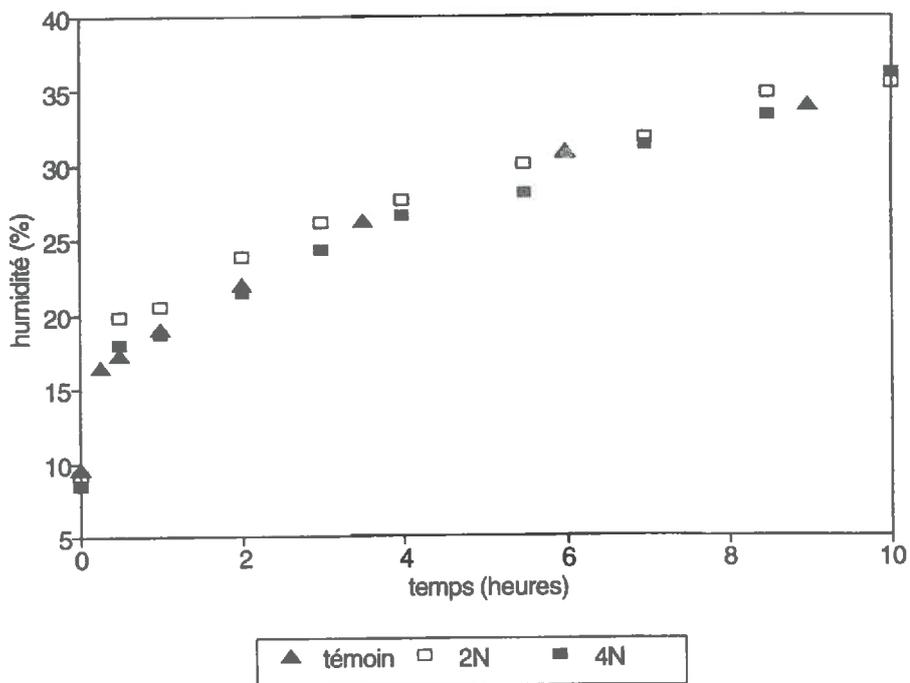


figure 4. 31 : Cinétiques d'imbibition dans la laponite de semences de maïs non-traitées et traitées avec les doses 2N et 4N de la pellicule B.

Ainsi, la pellicule B, qui se fissure et se détache en formant des morceaux insolubles lorsque les semences sont placées dans de l'eau liquide, sera testée dans la laponite. En effet, la laponite permet de maintenir la pellicule autour de la semence tout au long de l'imbibition. La pellicule C se dissout et diffuse en eau libre comme dans la laponite. Elle doit être testée dans le sol. Placées dans de telles conditions, les semences atteignent 35 % d'humidité en 12 heures environ.

1.2.2. Pellicule A

Les semences traitées avec la pellicule A ont été imbibées en eau libre. Les vitesses d'imbibition des semences traitées sont toujours inférieures à celles des semences nues et le classement des courbes est assez proche de celui observé pour les imbibitions en phase gazeuse (figure 4.30). Les retards d'imbibition sont maximum pour 0.75N, 1.5N et 2N qui présentent des cinétiques très semblables et l'effet de la pellicule A est moins important pour les doses 0.5 et N. Au sein des 2 groupes de traitements ainsi définis, les fluctuations des points expérimentaux sont telles qu'il est difficile d'établir un classement fin entre les courbes.

1.2.3. Pellicule B

Les semences traitées avec la pellicule B ont été imbibées dans la laponite. Leurs vitesses d'imbibition sont très proches des vitesses d'imbibition de semences non-traitées (figure 4.31). Ces résultats sont différents des résultats obtenus pour les transferts d'eau en phase gazeuse, et sont difficiles à interpréter. L'absence d'effet résistance de la pellicule B en phase liquide est peut être liée à une saturation rapide de celle-ci. En effet, si la conductivité à saturation de la pellicule B est suffisamment élevée, l'eau à l'interface semence-pellicule est à un potentiel proche de 0 et tout se passe comme si la semence était entourée d'eau liquide.

1.2.4. Pellicule C

Frem (1992) a réalisé des imbibitions de semences traitées avec la pellicule C dans un sol aux potentiels de -5 et -15 MPa, et a montré que la pellicule C ne modifie pas le comportement des semences dans ces conditions. Au vu de ces résultats, on peut penser que la pellicule C n'aura pas d'influence sur les transferts d'eau vers les semences dans notre sol à -10^{-3} MPa.

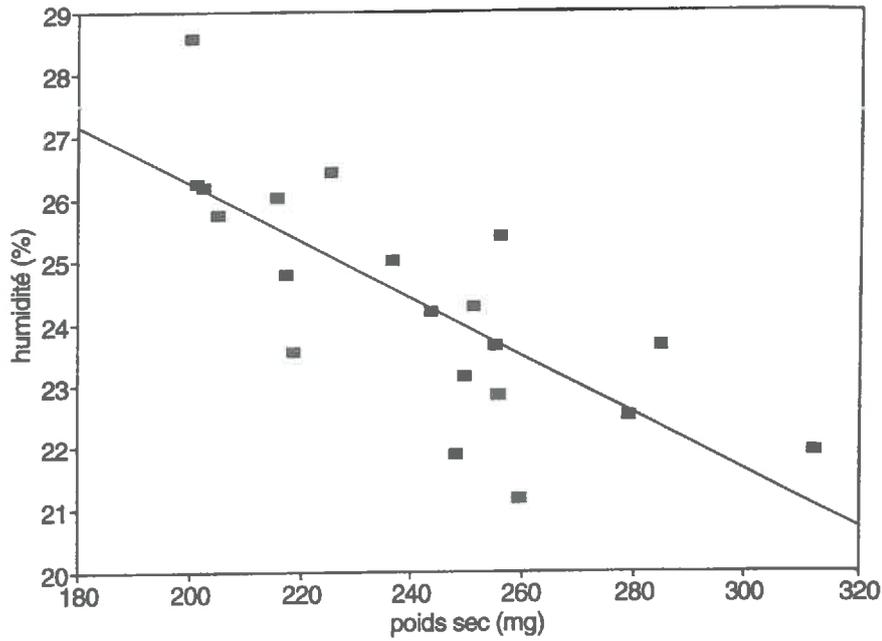


figure 4. 32 : Relations entre les poids secs et les humidités de 20 semences de maïs non-traitées. Imbibition en phase gazeuse (humidité relative : 100%), pendant 44 heures.

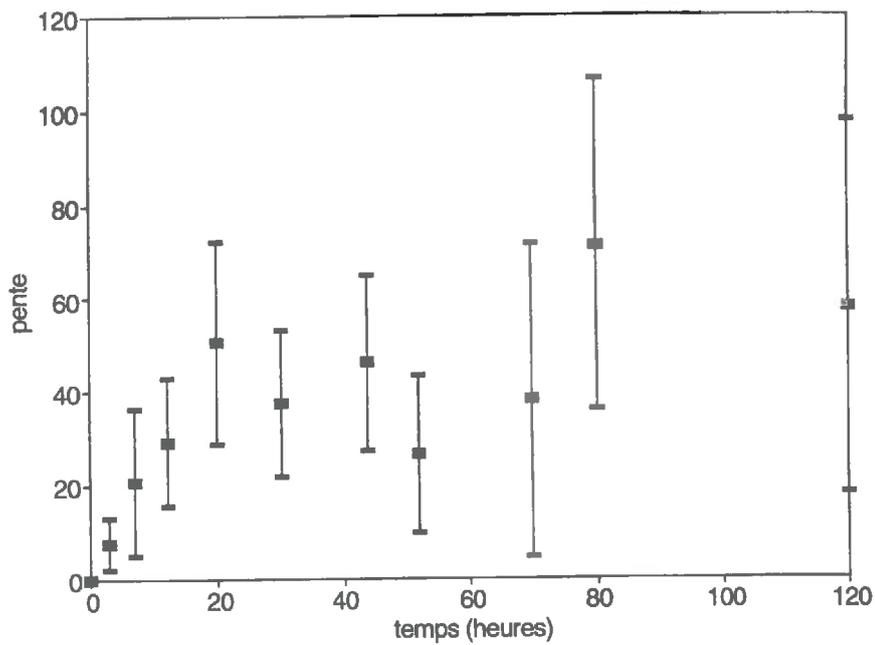


figure 4. 33 : Evolution au cours du temps de la pente des droites de régression ajustées sur la relation entre les poids sec et les humidités des semences non-traitées (voir figure 4.9). Les échantillons pour lesquels $R=0$ n'ont pas été représentés sur cette figure.

2. Variabilité de l'humidité

Les cinétiques d'imbibition que nous venons d'analyser ont mis en évidence une certaine variabilité de la vitesse d'imbibition entre échantillons de 20 semences. Cette variabilité résulte probablement d'une variabilité plus importante des vitesses d'imbibition entre semences au sein des échantillons. Celle-ci peut être en partie liée à la variabilité de la taille des semences au sein des échantillons. En effet, on peut penser que le débit d'eau entre une semence et son environnement dépend de la surface d'échange entre les deux milieux. Rapporté au poids sec de la semence, ce débit correspond à un accroissement d'humidité qui serait donc proportionnel au rapport "surface/volume". Pour des sphères de rayon r , ce rapport est égal à $3/r$; l'intensité des transferts d'eau diminue donc avec l'accroissement de r . Pour des semences de géométrie peu variable, on peut admettre que le rapport "surface/volume" diminue également avec l'accroissement de la taille et donc du poids sec des semences. Les semences de petite taille devraient donc s'imbiber plus rapidement que les plus grandes. Pour tester cette hypothèse, nous avons étudié les relations entre humidité pondérale et poids sec de semences à différentes dates au cours d'une imbibition.

2.1. Semences non-traitées

Nous avons constaté que, pour certains échantillons (20, 30, 44 et 68 h), il existe des corrélations hautement significatives entre le poids sec et l'humidité des semences. Ainsi, au sein de l'échantillon correspondant à 44 heures d'imbibition, les semences de petite taille sont systématiquement plus humides que les grandes (figure 4.32). Ce résultat va dans le sens de l'hypothèse que nous avons formulée.

date (h)	R	date (h)	R	date (h)	R
3	0,54*	30	0,74***	70	0,47*
7	0,54*	37	0,36	80	0,68**
12	0,14	44	0,77***	90	0,37
20	0,73**	52	0,60**	100	0,20
24	0,50*	60	0,42	120	0,56**

tableau 4. 1 : Coefficients de corrélation (R) entre les poids secs et les humidités de 15 échantillons de 20 semences. Les échantillons ont été analysés à différentes dates au cours d'une imbibition en phase gazeuse. R***, R** et R* sont différents de 0 aux niveaux de signification 0,1, 1 et 5%.

Pour d'autres échantillons (tableau 4. 1), le coefficient de corrélation est moins élevé qu'à 44 heures, mais reste différent de zéro. Enfin, au sein d'un dernier type d'échantillons (12, 37, 60, 90 et 100 heures d'imbibition), l'humidité n'est pas fonction du poids sec des semences. La part de la variance de l'humidité non-expliquée par le poids sec n'est pas fonction de la durée d'imbibition. Elle dépend probablement des gammes de variation des poids sec au sein des échantillons, comme des variabilité d'humidité initiale et de forme des semences.

L'analyse de la pente de la droite de régression ajustée sur les relations entre les poids secs et les humidités des semences montre que la variabilité de l'humidité au sein des lots évolue au cours du temps (figure 4.10). Elle est minimale en début d'imbibition et semble augmenter pendant 24 heures environ. Au-delà de 24 heures, les variations de la pente sont aléatoires. Les augmentations rapides de la pente en début d'imbibition reflètent des absorptions d'eau massives qui engendrent et accentuent la dépendance entre poids sec et humidité. L'existence d'un plateau à partir de 24 heures semble lié à une certaine stabilisation de la vitesse d'imbibition des semences.

2.2. Semences pelliculées

Les résultats concernant les corrélations entre poids secs et humidités de semences pelliculées sont résumés dans le tableau 4. 2.

pellicule	dose	date (h)	humidité (%)	R	pente	
					moyenne	écart-type
A	N	24	18,2	0,68***	27,0	6,7
		72	25,8	0,39		
	1,5N	24	15,8	0,57**	17,4	5,9
		72	22,4	0,78***	27,3	5,1
B	3N	44	28,0	0,74***	55,7	11,9
		124	33,1	0,76***	60,9	12,7
C	2,5N	24	20,6	0,70***	36,0	8,5

tableau 4. 2 : Coefficient de corrélation (R) et pente de la droite de régression entre les poids secs et les humidités de semences pelliculées. Les échantillons sont composés de 20 semences. Ils ont été analysés à différentes dates au cours d'une imbibition en phase gazeuse. R***, R** et R* sont différents de 0 aux niveaux de signification 0,1, 1 et 5%.

Comme pour les semences nues, selon les échantillons on observe des corrélations plus ou moins fortes entre le poids sec et l'humidité des semences. Pour des humidités équivalentes, l'ordre de grandeur des pentes des droites de régression est le même pour des semences nues et pelliculées. Pour la pellicule B, on constate que les pentes sont particulièrement élevées, mais elles ne sont pas significativement différentes des pentes observées pour les semences non-traitées à 80 ou 120 heures d'imbibition.

L'application des pellicules A et C ne semble donc pas changer la sensibilité de la vitesse d'imbibition à la taille des semences. Inversement l'application de la pellicule B à la dose 3N semble accentuer la variabilité des vitesses d'imbibition des semences au sein des échantillons. Cependant, étant le faible nombre d'échantillons analysés pour les semences pelliculées et compte tenu de la variabilité des résultats obtenus pour les semences non-traitées à partir de 24 heures, il est trop tôt pour conclure à un effet de la pellicule B. Nous ferons une analyse plus approfondie de ces données dans la partie suivante.

Conclusion : L'étude des corrélations entre poids sec et humidité des semences au sein de différents échantillons a montré, d'un point de vue qualitatif, qu'une partie de la variabilité des cinétiques d'imbibition moyennes pouvait être due à la variabilité de la taille des semences, et donc à la constitution de lots de semences hétérogènes. Il nous reste à savoir si cette variabilité explique toute la variabilité des humidités observées, ou si d'autres facteurs plus ou moins corrélés au poids sec doivent être pris en compte. Nous rappelons que Calero *et al.* (1981) ont montré qu'il existe des corrélations entre taille des semences et nombre de pores fonctionnels au niveau des téguments.

3. Imbibition de semences dé-tégumentées

En vue de comprendre les mécanismes d'imbibition des semences, et surtout de localiser les zones de résistance aux transferts d'eau, nous avons étudié l'influence des téguments sur les transferts d'eau. De manière plus précise, nous avons étudié l'influence des couches extérieures du péricarpe. En effet, les travaux de Wolf *et al.* (1952) ont montré que l'enveloppe qu'on détache de la surface de la semence imbibée ne correspond pas à la totalité du péricarpe. Certaines assises cellulaires internes ne se désolidarisent pas de la graine.

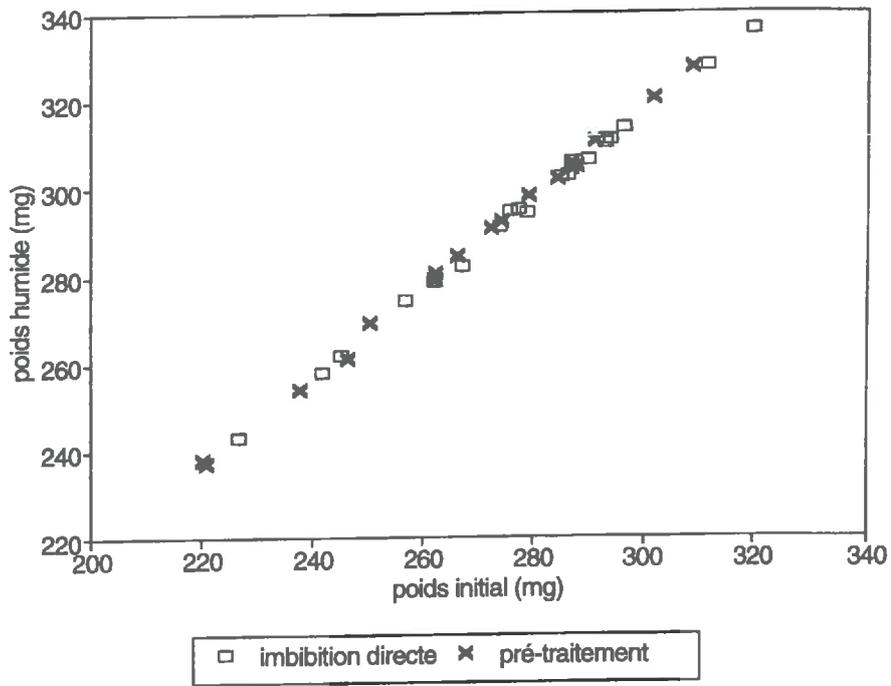


figure 4. 34 : Influence d'un cycle d'humectation-dessiccation précédent l'imbibition (pré-traitement) sur la prise d'eau de semences de maïs (variété Dea) non traitées. Imbibition en phase gazeuse (humidité relative : 100%), pendant 12 heures.

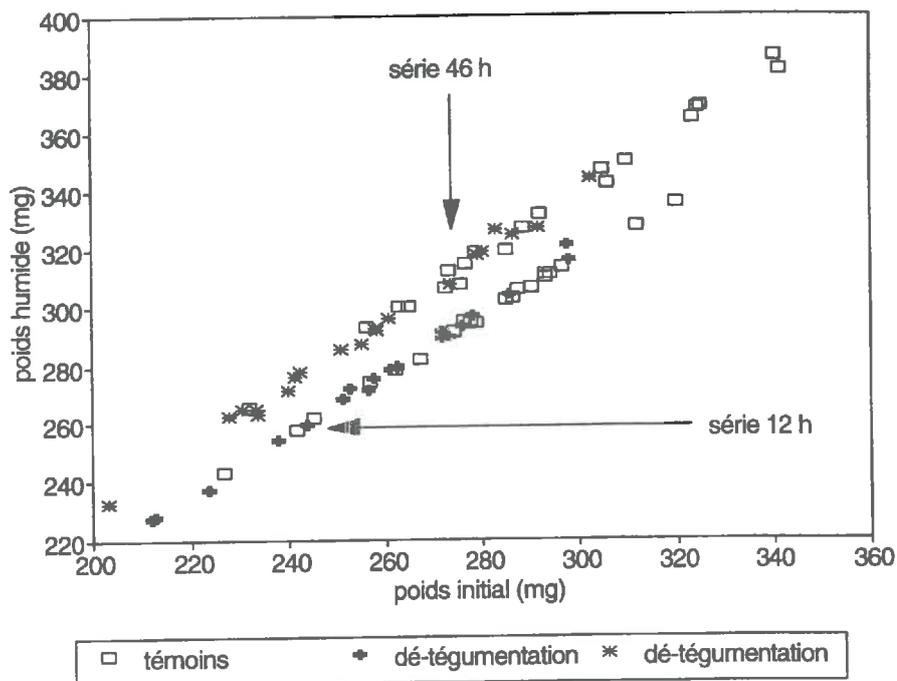


figure 4. 35 : Influence des téguments sur la prise d'eau des semences de maïs (variété Dea) non traitées. Imbibitions en phase gazeuse (humidité relative : 100%), pendant 12 et 46 heures.

La mise au point du protocole a nécessité dans un premier temps de vérifier que les pré-traitements qu'on impose aux semences de façon à pouvoir retirer leurs téguments, n'ont pas d'influence sur l'imbibition ultérieure des semences. Pour ce faire, nous avons fait subir le même pré-traitement à des semences sans leur retirer leur téguments (voir chapitre 2). et nous avons comparé le comportement en imbibition de ces semences au comportement de semences n'ayant subi aucun prétraitement. Les résultats présentés sur la figure 4.34 montrent que le pré-traitement n'a pas de conséquences sur les propriétés d'absorption des semences.

La comparaison des relations entre les poids frais initiaux et les poids humides pour des semences de maïs entières et dé-tégumentées, et pour 2 durées d'imbibition, a montré que l'absence de tégument n'a pas d'influence sur la vitesse d'imbibition des semences (figure 4.35). La résistance aux transferts d'eau des semences de maïs ne semble donc pas être localisée au niveau des couches externes du péricarpe. Nous noterons que l'absence de la cuticule hydrophobe n'a pas d'influence sur la vitesse d'imbibition. Pour comprendre ce phénomène, il aurait été intéressant de faire des mesures de mouillabilité des assises cellulaires qui se trouvent en contact avec l'atmosphère après la dé-tégumentation des semences.

Conclusion

L'étude des cinétiques d'imbibition des semences non-traitées et pelliculées avec les pellicules A, B et C a montré que les pellicules présentent des effets variables selon le milieu d'imbibition et la dose appliquée.

En phase gazeuse, la pellicule C n'a pas d'effet sur l'imbibition, la pellicule B l'accélère aux doses les plus faibles mais la ralentit au delà, et la pellicule A la ralentit. En phase liquide, la pellicule B n'a pas d'effet sur l'imbibition et la pellicule A la ralentit. Pour la phase gazeuse, comme pour la phase liquide, il n'existe pas de relation simple entre l'effet de la pellicule A et la dose appliquée. Les mécanismes évoqués pour analyser ces différents résultats font intervenir la résistance et la mouillabilité de chaque pellicule, ainsi que leur évolution structurale au cours des cinétiques ou en fonction des conditions d'application.

Par ailleurs, nous avons constaté que l'imbibition des semences de petite taille est plus rapide que celle des grandes. Cette corrélation pourrait expliquer en partie les fluctuations des cinétiques d'imbibition mesurées. Elle n'est pas modifiée par les pellicules A et C, mais pourrait être accentuée par la pellicule B.

Enfin, nous avons montré que la résistance des semences aux transferts d'eau en phase gazeuse n'est pas localisée au niveau de ses téguments.

Dans le chapitre suivant, nous analyserons une partie de ces cinétiques d'imbibition au moyen des modèles à couche poreuse fictive et à résistance diffuse homogène pour estimer les effets de résistance et de mouillabilité des pellicules quand ils existent.

CHAPITRE 5

Modélisation de l'imbibition de semences pelliculées Comparaison entre modèles et expériences

Introduction

Dans ce chapitre, nous analysons les cinétiques d'imbibition des supports pelliculés au moyen des modèles à couche poreuse fictive et à résistance diffuse homogène présentés dans les chapitres 1 et 2.

Ce chapitre a plusieurs objectifs :

- il s'agit d'une part de quantifier les effets des pellicules lorsque ceux-ci ont été observés (cf. chapitre 4) grâce à l'estimation d'un ou plusieurs paramètres caractérisant (i) la conductivité du système couche poreuse fictive-pellicule dans le cas du modèle CPF ou (ii) les conductivités spécifiques à la semence et à la pellicule dans le cas du modèle RDH. Dans le cas du modèle à couche poreuse fictive, la relation entre dose et résistance peut alors permettre de distinguer les effets de résistance propres à la semence, les effets de résistance de la pellicule et d'autres effets de la pellicule dont la mouillabilité. Suivant la nature de l'ajustement (1 ou 2 paramètres), cette relation peut ou non être modulée en fonction de la teneur en eau ;
- il s'agit par ailleurs de vérifier expérimentalement que l'on peut estimer les caractéristiques de la pellicule à partir d'une cinétique d'imbibition. Les modèles CPF et RDH ne prenant pas en compte de façon explicite l'effet de mouillabilité des pellicules, cette estimation doit passer par l'analyse des relations entre dose et résistance qui permet de découpler l'effet de mouillabilité de l'effet résistif au sens strict. Dans ce contexte, l'inversion du modèle RDH ne présente aucun avantage par rapport à celle du modèle CPF, même si elle permet a priori de proposer une

estimation directe de la relation entre résistivité et teneur en eau de la pellicule. L'évaluation du modèle CPF repose sur la confrontation des estimations de la conductivité hydrique de la pellicule B réalisées à partir d'imbibitions de semences et de billes de silice pelliculées.

- il s'agit enfin d'étudier non plus les cinétiques d'imbibition moyenne mais les cinétiques d'imbibition d'individus isolés afin d'analyser le déterminisme de la variabilité des teneurs en eau des semences à une date donnée. Cette variabilité peut en effet correspondre à des différences supérieures à 10g/ 100g d'eau après 96 heures d'imbibition en phase gazeuse. Elle entraîne un étalement sur plus de 72 heures des dates où les semences atteignent le seuil critique de 35%. Cette variabilité peut être accrue par la présence d'une pellicule et la modélisation peut nous permettre d'estimer le poids respectif de différents facteurs (taille des semences, humidité initiale, variabilité des quantités de pellicule appliquées) sur la distribution des humidités à une date donnée. Elle pourrait mettre en évidence l'influence de facteurs *a priori* ignorés.

Cette étude repose principalement sur l'utilisation du modèle à couche poreuse fictive, qui est facile à mettre en oeuvre et qui permet une analyse simple des relations entre résistance et dose de pellicule.

A. Analyse des effets des pellicules par les modèles

1. Pellicule B

1.1. Etude des effets de la pellicule B appliquée sur billes de silice

a. Qualité des ajustements réalisés avec le modèle CPF

Comme nous pouvons le voir sur la figure 5.1 a, la qualité des simulations réalisées après ajustement de 2 paramètres par le modèle CPF sur des données concernant l'imbibition de billes de silice non-traitées, dépend de la durée sur laquelle porte l'ajustement. Au delà de 14 heures d'imbibition, la qualité de l'ajustement se dégrade et le modèle semble sous-estimer de manière systématique les humidités les plus élevées. Pour les billes de silice pelliculées (figure 5.1 b), on observe des phénomènes similaires, mais les durées pour lesquelles on obtient des ajustements satisfaisants augmentent avec la dose de pellicule appliquée. Cette durée correspond à une humidité moyenne des billes de silice constante et égale à environ 40 %. Nous pouvons donc penser qu'au delà de 40 % d'humidité, les transferts d'eau vers les billes de silice ne se font plus uniquement sous l'effet de différences de pressions partielles de vapeur d'eau. Les forces de

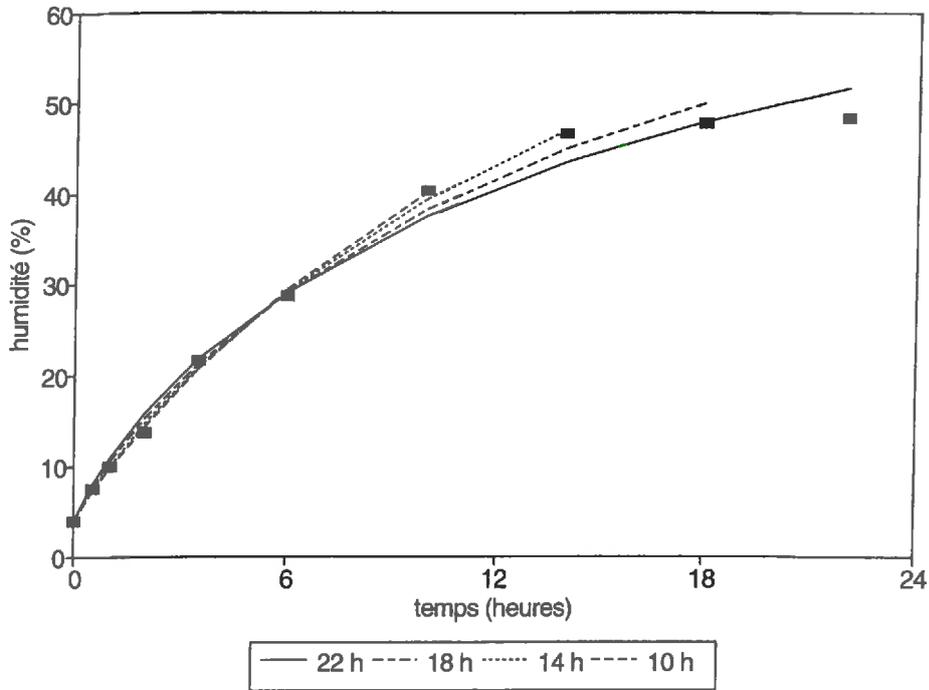


figure 5. 1 a : Cinétiques d'imbibition de billes de silice non-traitées en phase gazeuse. Les marques représentent les humidités mesurées, les lignes représentent les humidités simulées après ajustement de 2 paramètres par le modèle CPF. Les ajustements sont réalisés sur différentes durées d'imbibition (10, 14, 18, 22 heures).

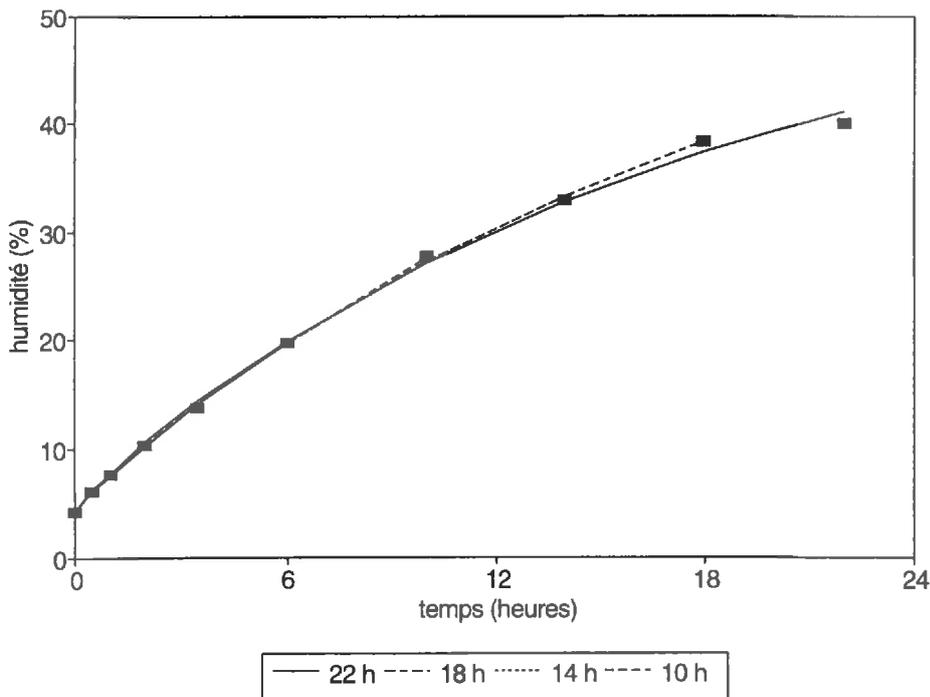


figure 5. 1 b : Cinétiques d'imbibition de billes de silice traitées (pellicule B, dose 3N) en phase gazeuse. Les marques représentent les humidités mesurées, les lignes représentent les humidités simulées après ajustement de 2 paramètres par le modèle CPF. Les ajustements sont réalisés sur différentes durées d'imbibition (10, 14, 18, 22 heures).

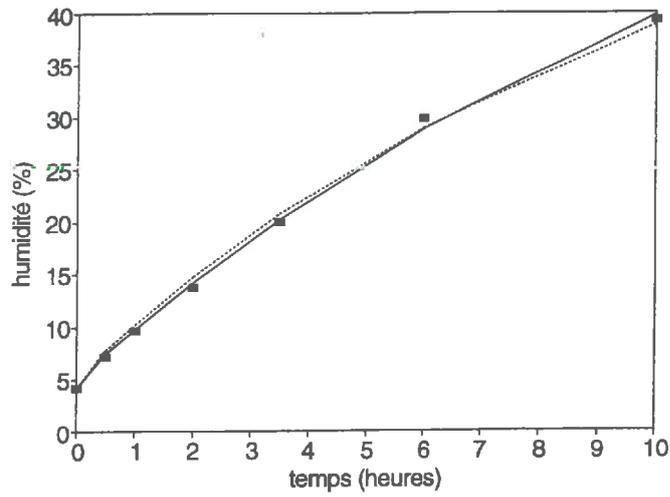


figure 5. 2. a : Dose N/2

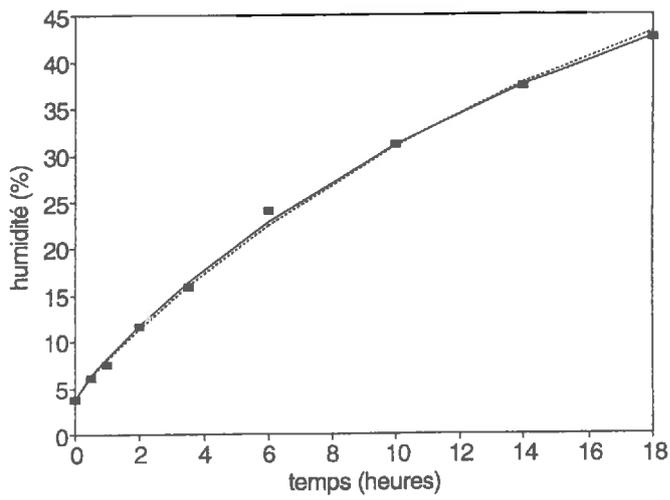


figure 5. 2. b : Dose 2N

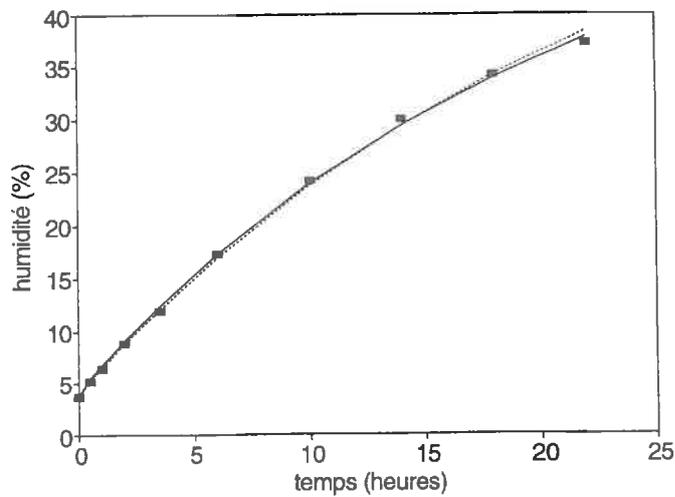


figure 5. 2. c : Dose 4N

figure 5. 2 : Cinétiques d'imbibition de billes de silice traitées (pellicule B) en phase gazeuse. Les marques représentent les humidités mesurées, les lignes représentent les humidités simulées après ajustement de 2 (lignes continues) ou 1 (lignes pointillées) paramètre(s) par le modèle CPF.

capillarité pourraient être contrebalancées par la pression de l'air résiduel formant un ou plusieurs amas de pores discontinus (40 % d'humidité correspondent à 70 % de la saturation des billes). Nous avons donc choisi de réaliser l'ensemble des ajustements dans la gamme d'humidités comprise entre 3 et 40 %.

Pour les billes de silice non-traitées comme pour les billes pelliculées, les cinétiques simulées par le modèle CPF après ajustement de conductances de type $D'_{CPF}(\omega) = a \cdot \exp(b \cdot \omega)$ représentent la réalité de manière satisfaisante (figure 5.2). Les paramètres a et b sont très corrélés et les variations de b en fonction de la dose sont faibles (tableau 5.1). Ceci nous permet de réaliser des ajustements de conductance en fixant le paramètre b sans dégrader la qualité de la simulation. Ces ajustements sont réalisés avec $b=2$; cette valeur correspond à la moyenne approximative des coefficients b précédemment ajustés.

paramètres ajustés		doses					
nombre	valeurs	0	0.5N	N	2N	3N	4N
2	a	2,83	2,94	2,99	2,52	1,96	1,78
	b	2,48	2,70	1,79	1,61	1,89	1,56
1	a	3,17	3,16	2,87	2,32	1,92	1,64

Tableau 5.1 : Résultats des ajustements de conductances $D'_{CPF}(\omega) = a \cdot \exp(b \cdot \omega)$ par le modèle CPF sur des cinétiques d'imbibition de billes de silice pelliculées (pellicule B). Pour l'ajustement à 1 paramètre, $b=2$.

b. Relation dose-résistance

i. Ajustement de 1 paramètre

Nous nous sommes intéressés à l'évolution de la résistance de la pellicule en fonction de la dose appliquée. Nous rappelons que la résistance globale des billes de silice pelliculées estimée par le modèle CPF est de la forme suivante :

$$R'_{CPF}(\omega) = \frac{1}{D'_{CPF}(\omega)} = \frac{1}{a} \cdot \exp(-2 \cdot \omega)$$

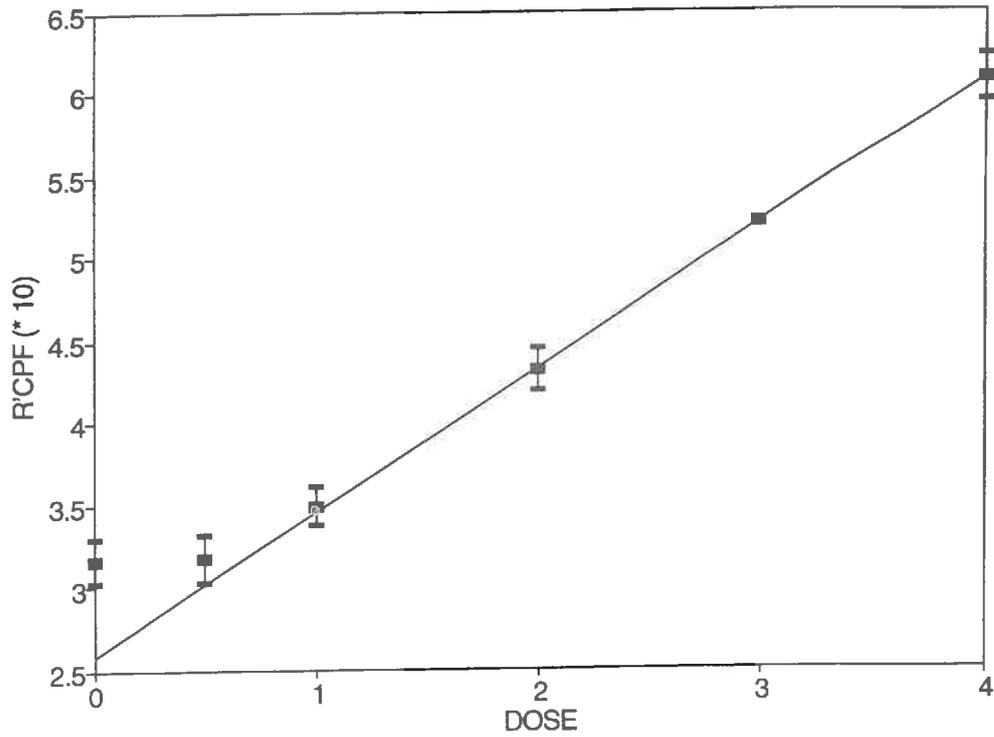


figure 5. 3 : Relation entre doses de pellicule B appliquées sur billes de silice et résistances calculées à partir des paramètres ajustés par le modèle CPF sur les cinétiques d'imbibition en phase gazeuse. Les fonctions ajustées sont de type $D'_{CPF}(\omega) = a \cdot \exp(2 \cdot \omega)$, et les résistances correspondent au rapport $1/a$.

Aussi, la résistance du système bille-pellicule est proportionnelle à $1/a$ quelle que soit l'humidité. Ceci nous permet de réduire l'étude de la relation dose-résistance à l'étude de la relation entre la dose appliquée et le terme $1/a$. On constate que cette relation présente deux domaines de variations (figure 5.3). Elle présente un plateau de 0 (billes non-traitées) à 0.5N, puis est parfaitement linéaire entre N et 4N. La droite de régression ajustée sur les données expérimentales permet d'estimer le terme $1/a$ en fonction de la dose dans l'intervalle $[N, 4N]$.

On a :

$$\frac{1}{a} = \alpha_1 \cdot dose + \beta_1$$

L'absence d'effet de la pellicule B à la dose 0.5N n'est pas bien compris. En effet, si les régressions effectuées à partir des mesures d'épaisseurs pour les doses 2N à 4N semblent indiquer que l'épaisseur 0.5N appliquée est presque nulle, les observations des billes montrent que la pellicule appliquée est continue et les mesures de poids de billes pelliculées révèlent que le poids de pellicule appliqué est significativement différent de 0. Il semble donc y avoir imprégnation des billes de silice par la pellicule. Ces imprégnations pourraient engendrer des différences de structure entre la dose 0.5N et les doses supérieures réellement appliquées à la surface des billes de silice et en conséquence expliquer l'absence d'effet de la dose 0.5N.

La linéarité de la relation entre dose et résistance prouve que les variations de résistance observées entre N et 4N sont uniquement liées à l'augmentation de la quantité de pellicule appliquée. Nous proposons d'estimer la résistivité de la pellicule B à partir de la pente α_1 de la droite de régression dose-résistance. Bien qu'une résistivité soit en toute rigueur une résistance rapportée à une unité d'épaisseur, nous avons défini une résistivité R_{CPF} rapportée à une dose de pellicule. La formule est la suivante :

$$R_{CPF}(\omega) = \alpha_1 \cdot \exp(-2 \cdot \omega) \quad [1]$$

La quantité R_{CPF} correspond à une estimation de la résistivité de la pellicule B exprimée non pas en fonction de l'humidité de la pellicule, mais par rapport à l'humidité moyenne de la bille de silice. Exprimée telle quelle, la résistivité [1] ne permet pas de prévoir l'effet de la pellicule B sur l'imbibition d'un autre support. Néanmoins, les calculs présentés dans le chapitre 2 ont montré qu'il était a priori possible d'estimer les caractéristiques hydrodynamiques intrinsèques de la pellicule, en tenant compte des propriétés d'absorption respectives des billes de silice et de la semence. Ces estimations sont présentées dans le paragraphe 1.1.3. ci-dessous.

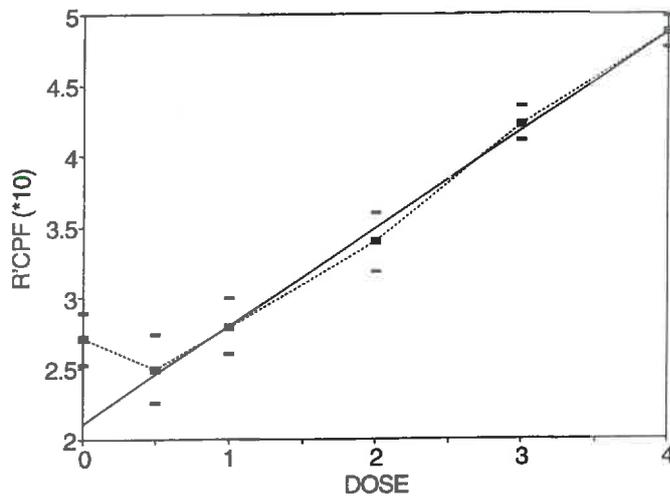


figure 5. 4. a : Humidité : 10 %

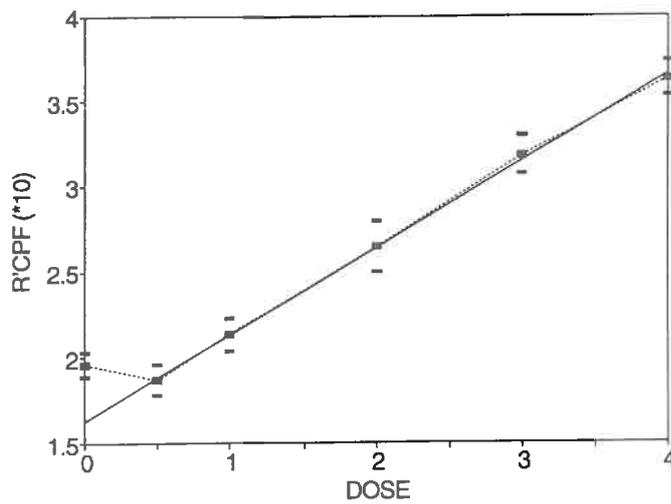


figure 5. 4. b : Humidité : 25 %

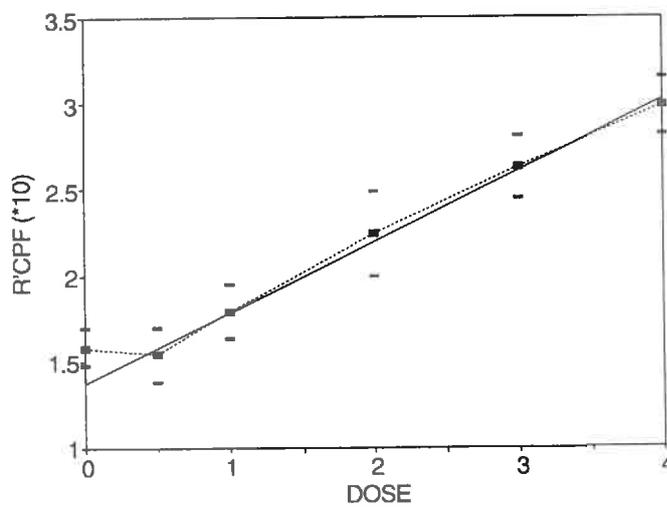


figure 5. 4. c : Humidité : 35 %

figure 5. 4 : Relations entre doses de pellicule B appliquées sur billes de silice et résistances calculées à partir des paramètres ajustés par le modèle CPF sur les cinétiques d'imbibition en phase gazeuse. Les fonctions ajustées sont de type $D'_{CPF}(\omega) = a \cdot \exp(b \cdot \omega)$, et les résistances R'_{CPF} correspondent aux rapports $1 / D'_{CPF}$.

ii. Ajustement de 2 paramètres

Lorsqu'on s'intéresse aux résistances estimées après ajustement de 2 paramètres, l'étude des relations entre dose et résistance doit se faire pour différentes humidités. Sur la figure 5.4, nous avons présenté les résultats pour 5, 20 et 35 % d'humidité. On constate que, quelle que soit l'humidité des billes pelliculées, la relation dose-résistance présente un profil semblable au profil observé pour les ajustements réalisés en fixant $b=2$. La courbe présente un plateau entre 0 et 0.5N, et devient linéaire à partir de 0.5N.

Les droites de régression ajustées sur les données expérimentales permettent d'estimer les résistances globales des systèmes bille-pellicule en fonction de la dose pour toute dose comprise entre 0.5N et 4N. Quelle que soit l'humidité, on a :

$$R'_{CPF}(\omega) = \alpha_2(\omega) \cdot dose + \beta_2(\omega)$$

A partir des pentes des droites de régression précédemment définies, nous pouvons définir des quantités R_{CPF} exprimant l'effet résistif des pellicules :

$$R_{CPF}(\omega) = \alpha_2(\omega) \quad [2]$$

Comme précédemment, la quantité R_{CPF} est égale à la résistivité de la pellicule B exprimée par rapport à l'humidité moyenne de la bille de silice et rapportée à une dose de pellicule. Les équations [1] et [2] devraient donc être équivalentes. Elles ont été comparées dans le paragraphe suivant.

iii. Comparaison des résistivités déduites des ajustements réalisés avec 1 et 2 paramètres

Les équations [1] et [2] ont été représentées sur la figure 5.5. On constate que les 2 relations présentent la même courbure et qu'elles sont presque confondues.

Lorsque la pellicule B est appliquée sur des billes de silice, le modèle CPF permet de déterminer sa résistivité aux transferts d'eau en phase gazeuse. Cette résistivité peut être estimée indifféremment par l'ajustement d'un ou de deux paramètres.

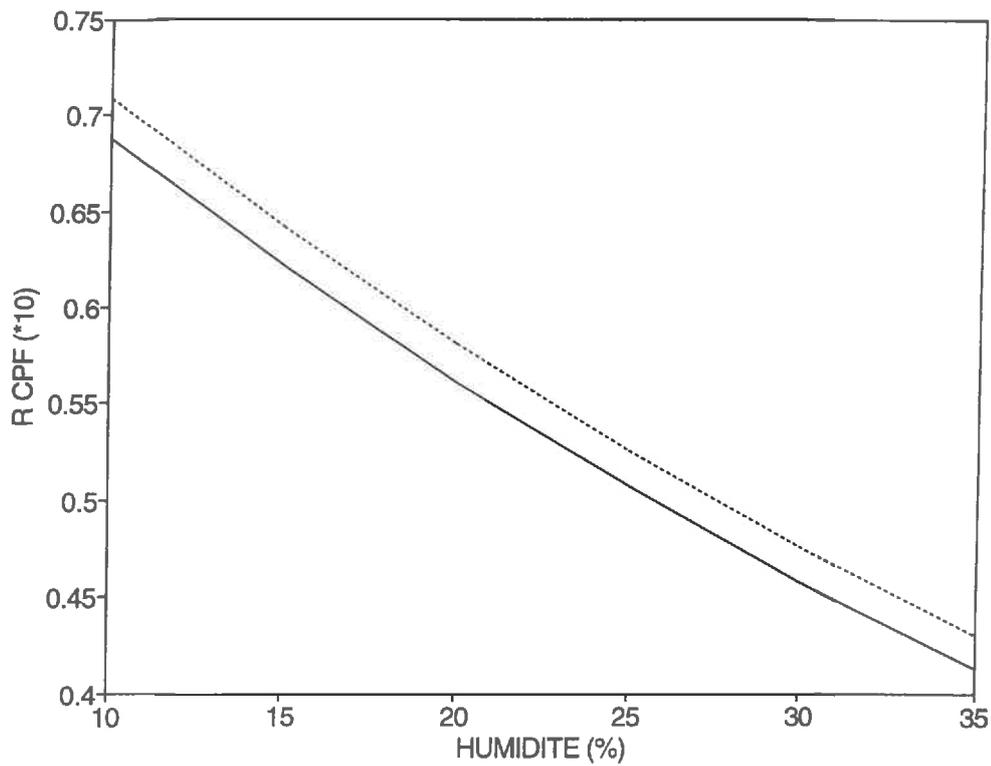


figure 5. 5 : Résistivités de la pellicule B définies à partir des paramètres ajustés par le modèle CPF sur les cinétiques d'imbibition de billes de silice pelliculées. Les résistivités sont calculées après ajustement de 2 (lignes continues) ou 1 (lignes pointillées) paramètres(s) par le modèle CPF.

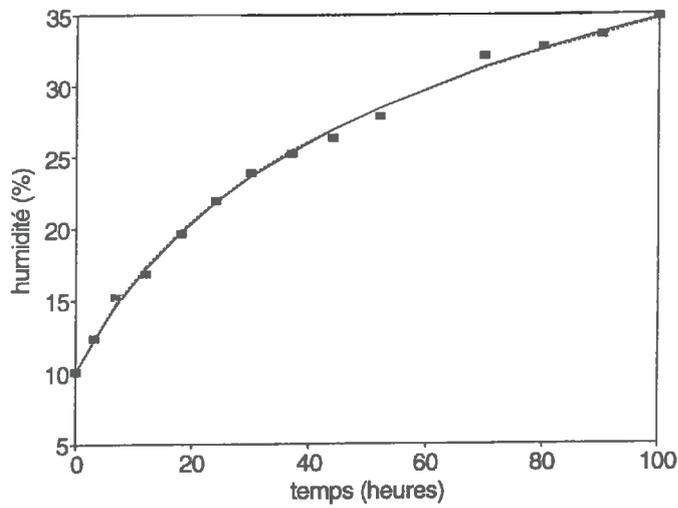


figure 5. 6. a : Semences non-traitées

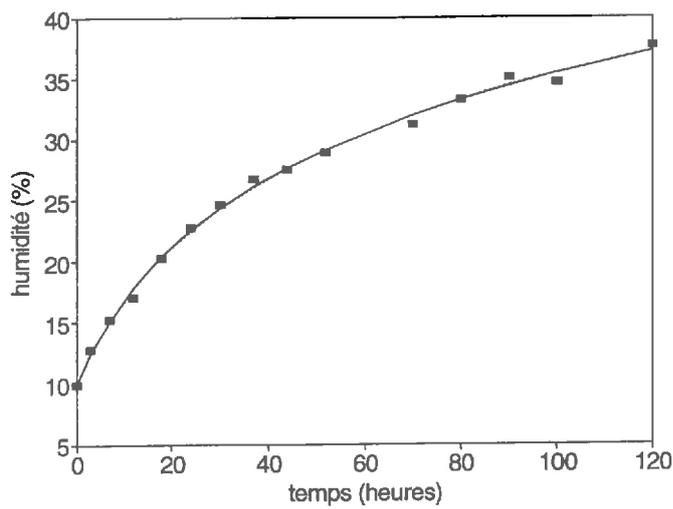


figure 5. 6. b : Dose N

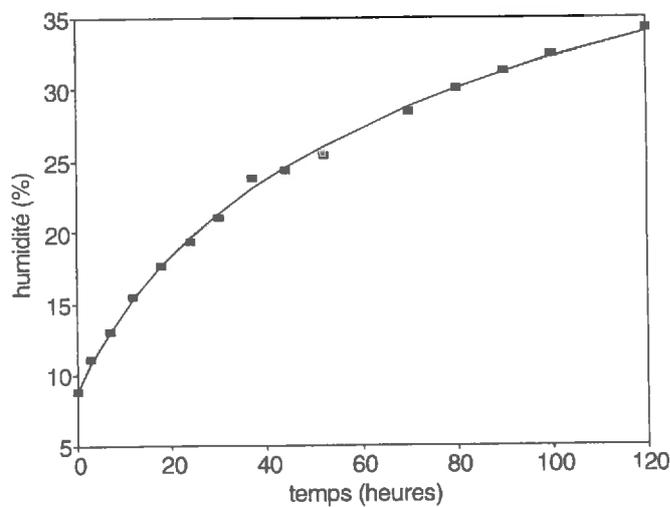


figure 5. 6. c : Dose 4N

figure 5. 6 : Cinétiques d'imbibition de semences de maïs non traitées et pelliculées (pellicule B) en phase gazeuse. Les marques représentent les humidités mesurées, les lignes représentent les humidités simulées après ajustement de 2 (lignes continues) ou 1 (lignes pointillées) paramètre(s) par le modèle CPF.

1.2. Etude des effets de la pellicule B appliquée sur semences de maïs

a. Qualité des ajustements réalisés avec le modèle CPF

Pour les semences non-traitées comme pour les semences pelliculées, les cinétiques simulées par le modèle CPF après ajustement de conductances de type $D'_{CPF}(\omega) = a \cdot \exp(b \cdot \omega)$ représentent la réalité de manière très satisfaisante (figure 5.6). Comme les paramètres a et b sont très corrélés et que le coefficient b varie peu en fonction de la dose (tableau 5.2), on peut réaliser des ajustements de conductance en fixant le paramètre b sans dégrader la qualité de l'ajustement. Ces ajustements sont réalisés avec $b=6$; cette valeur correspond approximativement à la moyenne des coefficients b précédemment ajustés

paramètres ajustés		doses					
nombre	valeurs	0	0.5N	N	2N	3N	4N
2	a	0,413	0,509	0,501	0,389	0,379	0,434
	b	6,35	5,77	5,93	6,36	6,07	5,08
1	a	0,445	0,483	0,493	0,419	0,384	0,362

Tableau 5.2 : Résultats des ajustements de conductances $D'_{CPF}(\omega) = a \cdot \exp(b \cdot \omega)$ par le modèle CPF sur des cinétiques d'imbibition de semences pelliculées (pellicule B). Pour l'ajustement à 1 paramètre, $b=6$.

b. Relation dose-résistance

i. Ajustement de 1 paramètre

De même que précédemment, nous nous sommes intéressés à l'évolution du terme $\frac{1}{a}$, qui est proportionnel à la résistance de la pellicule, en fonction de la dose appliquée (figure 5.7). On constate que la relation entre dose et résistance présente trois domaines de variations. Entre 0 (semences non-traitées) et 0.5N, la relation est décroissante. Elle présente un plateau de 0.5N à N. Enfin, elle augmente de manière approximativement linéaire entre N et 4N.

La diminution de la résistance aux transferts d'eau pour les semences pelliculées à la dose 0.5N pourrait être liée aux propriétés de mouillabilité de la pellicule qui est hydrophile, alors que le tégument des semences nues est hydrophobe.

Le plateau entre 0.5N et N est lié à un artefact technologique. La pellicule est discontinue à ces 2 doses et la quantité de produit appliqué semble être identique (voir les poids secs de pellicule).

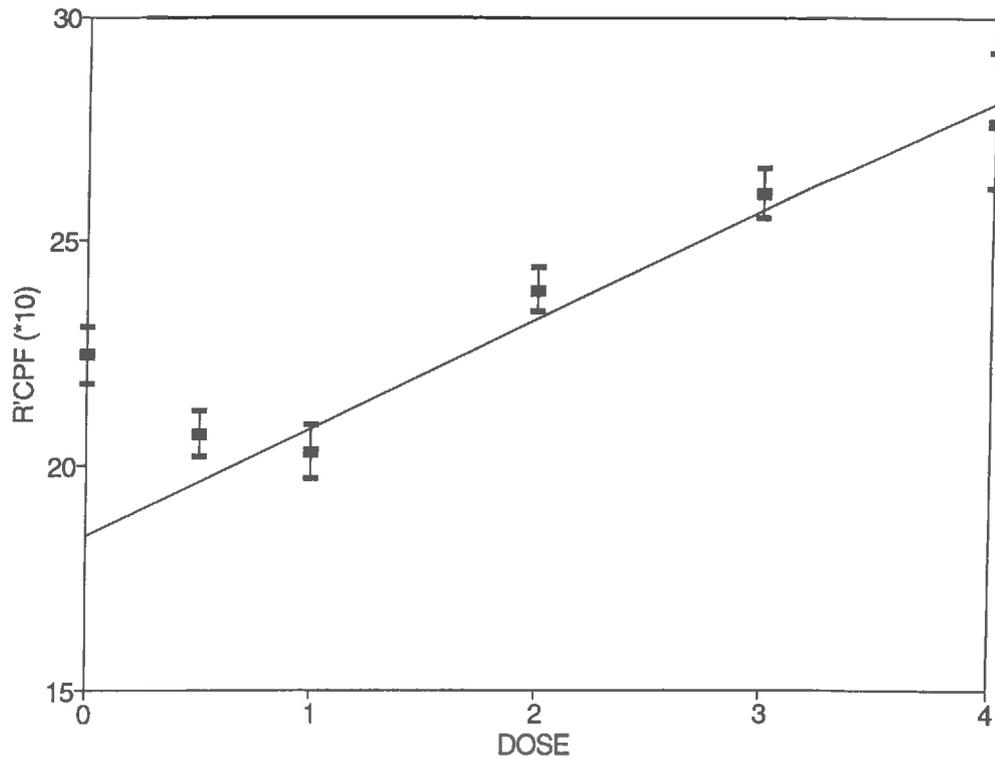


figure 5. 7 : Relation entre doses de pellicule B appliquées sur semences et résistances calculées à partir des paramètres ajustés par le modèle CPF sur les cinétiques d'imbibition en phase gazeuse. Les fonctions ajustées sont de type $D'_{CPF}(\omega) = a \cdot \exp(6 \cdot \omega)$, et les résistances correspondent au rapport $1/a$.

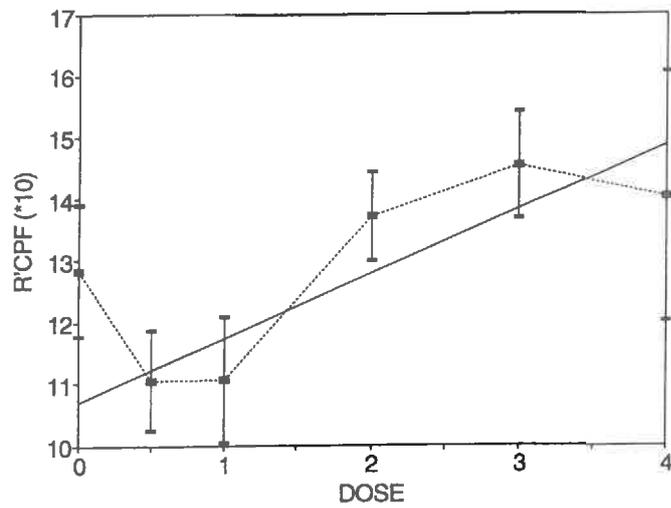


figure 5. 8. a : Humidité : 10 %

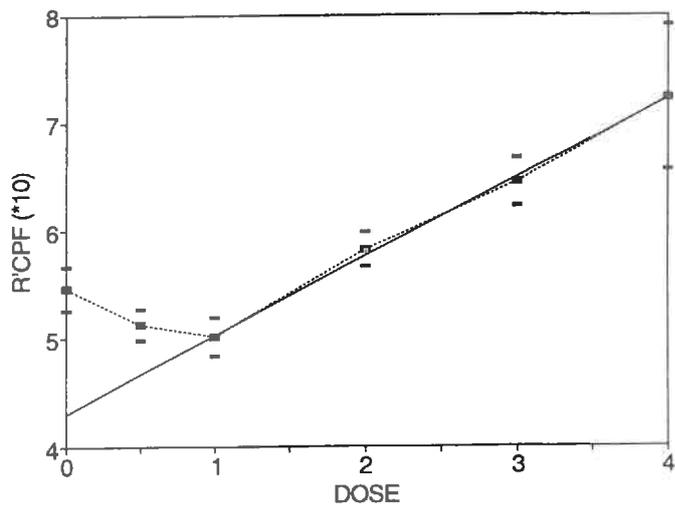


figure 5. 8. b : Humidité : 25 %

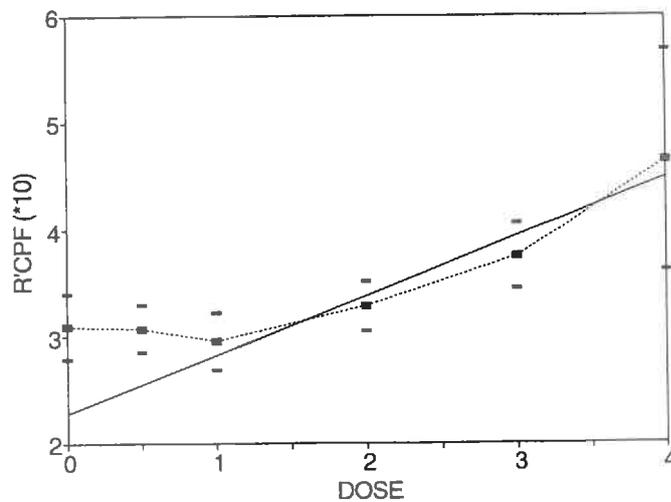


figure 5. 8. c : Humidité : 35 %

figure 5. 8 : Relations entre doses de pellicule B appliquées sur semences de maïs et résistances calculées à partir des paramètres ajustés par le modèle CPF sur les cinétiques d'imbibition en phase gazeuse. Les fonctions ajustées sont de type $D'_{CPF}(\omega) = a \cdot \exp(b \cdot \omega)$, et les résistances R'_{CPF} correspondent aux rapports $1 / D'_{CPF}$.

Au delà de N, la résistance de la semence pelliculée augmente de manière monotone avec la dose appliquée et peut être ajustée par une relation linéaire. Pour toute dose comprise entre N et 4N, le terme $1/a$ est relié à la dose par l'équation suivante :

$$\frac{1}{a} = \gamma_1 \cdot dose + \delta_1$$

Comme pour les pellicules appliquées sur billes de silice, nous pouvons définir une résistivité R_{CPF} à partir de la pente γ_1 de la droite de régression dose-résistance telle que :

$$R_{CPF}(\omega) = \gamma_1 \cdot \exp(-6 \cdot \omega) \quad [3]$$

Par rapport à l'équation [1], on peut penser que l'équation [3] ne permettra pas d'estimer aussi précisément la résistivité de la pellicule B. En effet, la qualité de la régression linéaire entre dose et résistance globale des systèmes pelliculés est moins bonne pour les semences que pour les billes de silice.

ii. Ajustement de 2 paramètres

Pour les résistances ajustées avec 2 paramètres libres, l'étude des relations entre dose et résistance a été faite pour des humidités comprises entre 10 et 35 % (figure 5.8). On constate que le profil de la relation dose-résistance varie peu en fonction de l'humidité des semences pelliculées et ressemble au profil observé pour les ajustements réalisés en fixant $b=6$: décroissance plus ou moins marquée entre 0 et 0.5N, plateau entre 0.5N et N, et relation croissante et plus ou moins linéaire entre N et 4N.

La décroissance initiale des résistances est probablement liée aux propriétés de mouillabilité de la pellicule. Le plateau entre 0.5N et N peut s'interpréter comme un artefact technologique, car les quantités de pellicules appliquées aux doses 0.5N et N semblent équivalentes. La linéarité de la relation entre N et 4N met en évidence un effet résistif de la pellicule.

Dans le cas d'humidités comprises entre 10 et 15%, la pente de la relation entre dose et résistance diminue pour toute augmentation de dose au delà de 2N. Cette diminution pourrait être liée à une progression limitée du front d'humectation, qui n'aurait pas atteint la semence. Cependant, si cette hypothèse s'avérait vraie, ce phénomène aurait dû apparaître lors de l'étude des relations dose-résistance pour la pellicule B appliquée sur bille de silice. Le modèle RDH présenté dans le chapitre 2 pourrait nous permettre de comparer la progression des fronts

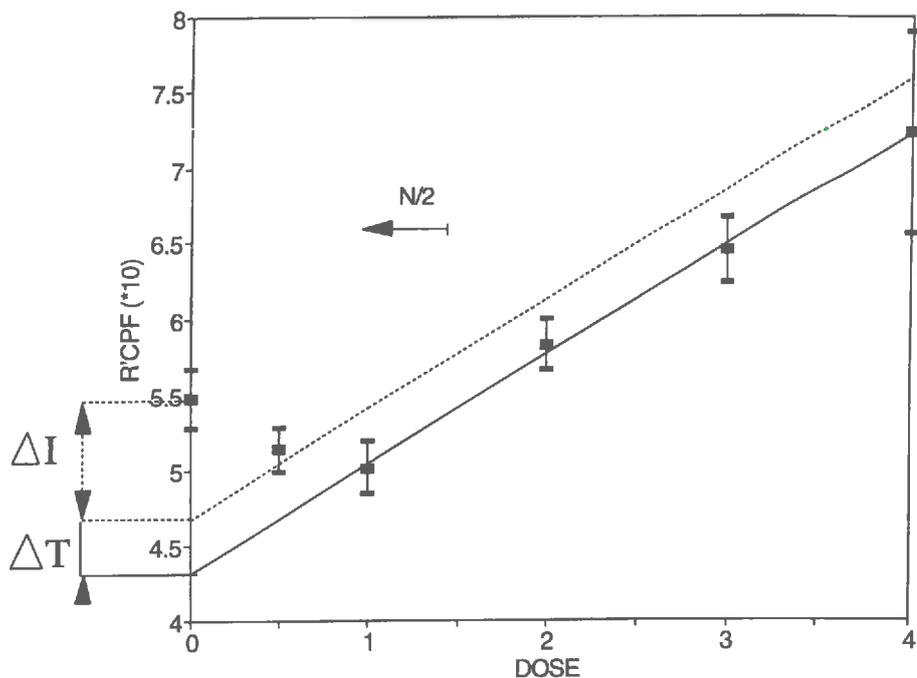


figure 5. 9 : Relations entre doses de pellicule B appliquées sur semences de maïs et résistances (voir figure 8). Humidité : 25%. On définit l'effet d'interface (ΔI) de la pellicule B à partir de la résistance des semences non-traitées, de l'ordonnée à l'origine de la droite de régression dose-résistance (régression entre N et 4N), et de l'effet technologique (ΔT).

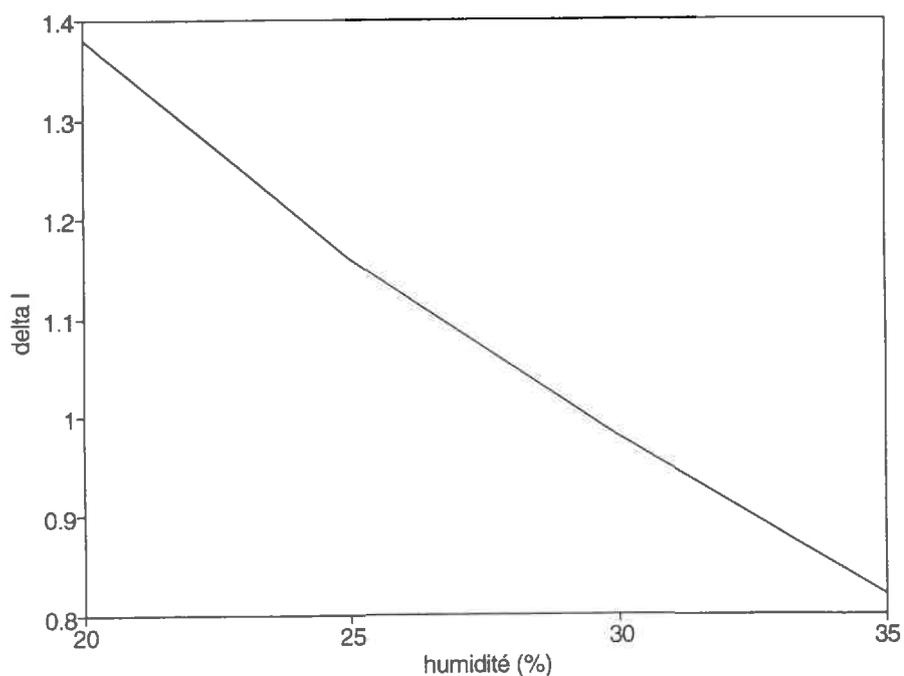


figure 5. 10 : Relation entre l'humidité moyenne des semences pelliculées et l'effet d'interface (ΔI) de la pellicule B.

d'humectation au cours de l'imbibition pour des pellicules appliquées sur semences et sur billes de silice.

Pour des doses supérieures à N et quelle que soit l'humidité, la résistance globale des semences pelliculées peut être estimée à partir de la dose par des relations linéaires du type :

$$R'_{CPF}(\omega) = \gamma_2(\omega) \cdot dose + \delta_2(\omega)$$

Les pentes de ces droites de régression nous permettent de définir une quantité R_{CPF} telle que :

$$R_{CPF}(\omega) = \gamma_2(\omega) \quad [4]$$

Dans le paragraphe suivant nous comparerons cette équation avec l'équation [3].

Nous pouvons également quantifier l'effet dû à la mouillabilité de la pellicule, à partir de la différence entre l'ordonnée à l'origine de la droite de régression dose-résistance et la résistance des semences non traitées (ΔR_0). Si les quantités de pellicule réellement appliquées à la surface des semences étaient proportionnelles aux doses nominales, cette différence serait directement assimilable à l'effet de mouillabilité. Pratiquement, les quantités de pellicule appliquées aux doses 0.5N et N étant égales, cette différence correspond à la somme de l'effet de mouillabilité (ΔI) et d'un effet que nous qualifierons d'effet technologique (ΔT). Aussi, la régression dose-résistance obtenue entre N et 4N doit être translatée vers la gauche, d'un vecteur de direction Ox et de norme 0.5N pour tenir compte des défauts de pellicules estimés à une demi-dose, quelle que soit la dose supérieure à N. L'effet de mouillabilité sera donc quantifié comme indiqué sur la figure 5.9.

L'évolution de ΔI au cours de la cinétique (figure 5.10) peut se comprendre de manière intuitive si l'on admet que des effets de mouillabilité, prépondérants en début d'imbibition, deviennent progressivement négligeables par rapport aux effets de résistance (déplacement des front de saturation et humectation des assises cellulaires extérieures). Ce résultat est en accord avec les observations faites par Vertucci et Leopold (1983) concernant l'influence de la mouillabilité d'une solution sur l'imbibition des semences de soja.

conclusion :

L'analyse des résistances globales ajustées par le modèle CPF sur des cinétiques d'imbibition de semences de maïs pelliculées a permis de découpler et de quantifier les différents effets de la pellicule B. Nous pouvons distinguer :

- un effet de résistivité proportionnel à la dose. Il est estimé à partir des pentes des droites de régression entre la résistance globale des semences pelliculées et la dose appliquée ;

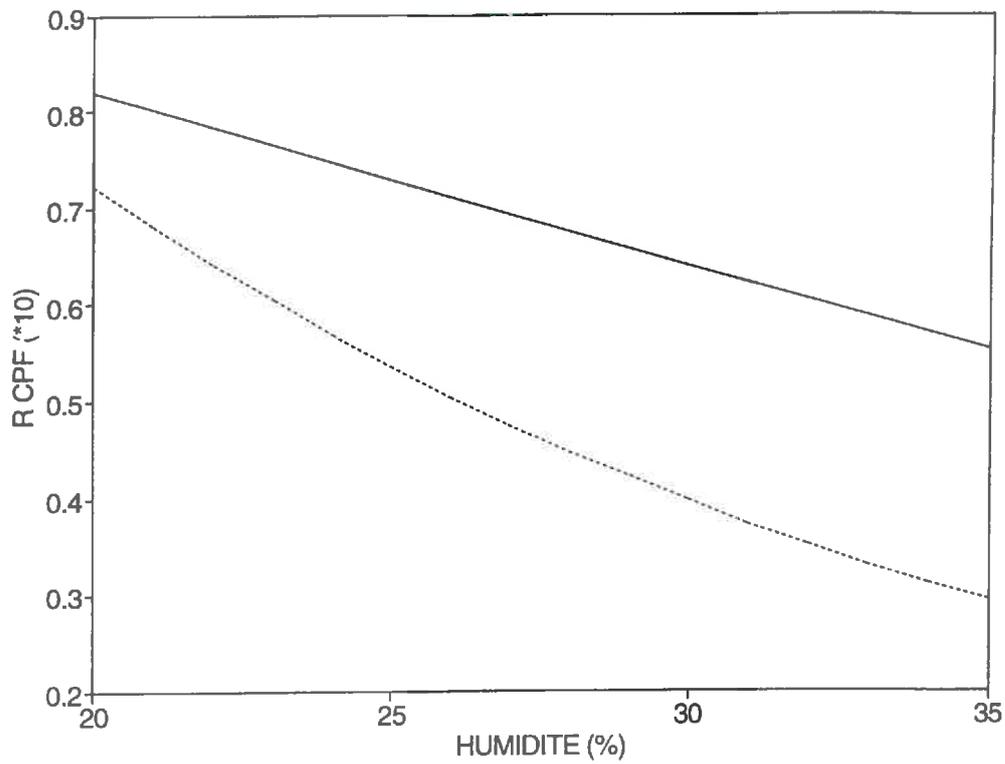


figure 5. 11 : Résistivités de la pellicule B définies à partir des paramètres ajustés par le modèle CPF sur les cinétiques d'imbibition de semences de maïs pelliculées (pellicule B). Les résistivités sont calculées après ajustement de 2 (lignes continues) ou 1 (lignes pointillées) paramètre(s) par le modèle CPF.

- un effet de mouillabilité qui s'observe surtout pour les doses les plus faibles. Il peut être quantifié à partir de l'ordonnée à l'origine des mêmes droites de régression.

iii. Comparaison des résistivités déduites des ajustements réalisés avec 1 et 2 paramètres

Les équations [3] et [4] ont été représentées sur la figure 5.11. On constate que les 2 relations ne présentent pas la même courbure, et que la résistivité estimée à partir de l'ajustement de 1 paramètre est significativement inférieure à la résistivité estimée avec 2 paramètres libres. Compte tenu des conclusions du paragraphe b1, on peut penser que cette deuxième estimation est meilleure que la première.

Lorsque la pellicule B est appliquée sur des semences, le modèle CPF permet de déterminer sa résistivité aux transferts d'eau en phase gazeuse. Cette résistivité est estimée de manière plus précise par l'ajustement de deux paramètres, mais comme nous le verrons dans la partie suivante, son estimation à partir de l'ajustement d'un paramètre permet une extrapolation plus facile des résultats. Quel que soit le nombre de paramètres ajustés, la résistivité de la pellicule est exprimée par rapport à l'humidité moyenne du support sur lequel elle est appliquée.

Dans une optique d'extrapolation de ces résultats (prévision de l'effet des pellicules pour une autre dose ou sur un autre support), il faut noter que l'effet de la pellicule B n'est pas entièrement déterminé par ses propriétés de résistance aux transferts d'eau. Son effet résulte de la somme d'un effet de résistivité et d'un effet de mouillabilité. Il est donc nécessaire de connaître l'évolution de ces deux effets en fonction de l'humidité de la pellicule, pour pouvoir prévoir l'influence de la pellicule sur l'imbibition des semences.

1.3. Comparaison des résistivités ajustées sur les 2 supports

Dans le chapitre 2, nous avons montré qu'il existe une relation de proportionnalité entre la résistivité théorique d'une pellicule (R_{RDH}), et la résistivité qu'on peut définir à partir des ajustements de conductance par le modèle CPF. Pour des systèmes bi-couches, où support et pellicule ne présentent pas les mêmes propriétés d'absorption, la résistivité de la pellicule peut s'exprimer en fonction de l'humidité du support à l'interface support-pellicule de la manière suivante :

$$R_{CPF}(\overline{\omega}_{sup}) \cong \frac{b_p - d_p}{a_p \cdot d_p} \cdot \left(\frac{c_{sup}}{c_p} \right)^{\frac{b_p}{d_p}} \cdot \exp\left(-b_p \cdot \frac{d_{sup}}{d_p} \cdot \overline{\omega}_{sup} \right) \quad [5]$$

avec :

p : indice relatif à la pellicule ;

sup : indice relatif au support ;

a et b : les paramètres de la conductivité $K_{RDH}(\omega) = a \cdot \exp(b \cdot \omega)$;

c et d : les paramètres des propriétés d'absorption $\psi = c \cdot \exp(d \cdot \omega)$.

D'après l'équation [5], il paraît possible de déterminer la résistivité $R_{RDH}(\omega)$ de la pellicule (extraction des termes a_p et b_p de l'équation) à partir de la résistivité ajustée par le modèle CPF et de la connaissance des relations $\psi(\omega)$ du support et de la pellicule.

Pour la pellicule B, ces paramètres pourront être estimés de manière indépendante à partir des expérimentations réalisées sur billes de silice et sur semences. Les équations [1] et [3] construites à partir des pentes des droites dose-résistance doivent être transformées pour tenir compte des différentes correspondances dose-épaisseur. Pour des épaisseurs exprimées en μm , les résistivités ajustées par le modèle CPF pour la pellicule B appliquée respectivement sur semences (indice $sem+p$) et sur billes de silice (indice $sil+p$) deviennent :

$$\text{sur semences : } R_{sem+p} = \frac{1}{a_{sem+p}} \cdot \exp(-b_{sem+p} \cdot \omega) = 0,536 \cdot 10^{-2} \cdot \exp(-6 \cdot \omega) \quad [6]$$

$$\text{sur billes de silice : } R_{sil+p} = \frac{1}{a_{sil+p}} \cdot \exp(-b_{sil+p} \cdot \omega) = 0,249 \cdot 10^{-2} \cdot \exp(-2 \cdot \omega) \quad [7]$$

Dans un premier temps, nous nous sommes intéressés aux exposants. D'après les équations [5], [6] et [7], quel que soit le support, bille de silice ou semence (sup=sil ou sem), on peut écrire :

$$b_p = d_p \cdot \frac{b_{sup+p}}{d_{sup}} \quad [9]$$

Les estimations de b_p à partir des équations [6], [7], [9] et des fonctions $\psi(\omega)$ des semences et des billes de silice (voir chapitre 3. A) sont les suivantes :

$$b_p = d_p \cdot \frac{b_{sem+p}}{d_{sem}} = 27,2 \cdot \frac{6}{15,2} = 10,7 \quad \text{et} \quad b_p = d_p \cdot \frac{b_{sil+p}}{d_{sil}} = 27,2 \cdot \frac{2}{5,6} = 9,7$$

A 10 % près, les deux estimations de b_p sont équivalentes.

Pour ce qui est du terme a_p , d'après les calculs théoriques, quel que soit le support de la pellicule, on peut écrire l'égalité suivante :

$$a_p = a_{\text{sup}+p} \cdot \frac{b_p - d_p}{d_p} \cdot \left(\frac{c_{\text{sup}}}{c_p} \right)^{\frac{b_p}{d_p}} \quad [10]$$

En réalité, les différents ajustements réalisés aboutissent aux égalités suivantes :

$$a_p = a_{\text{sem}+p} \cdot \frac{b_p - d_p}{d_p} \cdot \left(\frac{c_{\text{sem}}}{c_p} \right)^{\frac{b_p}{d_p}} = 250,9 \text{ et}$$

$$a_p = a_{\text{sil}+p} \cdot \frac{b_p - d_p}{d_p} \cdot \left(\frac{c_{\text{sil}}}{c_p} \right)^{\frac{b_p}{d_p}} = 372,6$$

Les estimations de a_p varient donc d'un facteur 1,5 en fonction du support sur lequel la pellicule a été appliquée. L'importance de cet écart devra être apprécié au vu de ses conséquences sur des simulations d'imbibition.

Discussion-perspective

Les calculs théoriques semblent montrer qu'il est possible d'estimer les coefficients a_p et b_p relatifs à la résistivité R_{RDH} d'une pellicule, à partir de la résistivité ajustée par le modèle CPF et à condition de connaître la relation $\psi(\omega)$ de la pellicule. Les équations [9] et [10] devraient être vérifiées quel que soit le support sur lequel une pellicule est appliquée.

Dans la réalité, pour la pellicule B et pour deux supports différents, des billes de silice et des semences, les calculs réalisés à partir des ajustements de conductance par le modèle CPF ne sont que partiellement en accord avec les résultats théoriques. L'équation [9] est vérifiée, mais les estimations de a_p , à partir de [10] varient d'un facteur 1,5 en fonction du support de la pellicule.

On peut penser que cet écart provient d'une estimation biaisée de la résistivité de la pellicule lorsqu'elle est appliquée sur des semences. En effet, la pellicule B a peu d'effet sur l'imbibition

des semences et il est probable que les semences présentent d'importants gradients d'humidité. Par ailleurs, les calculs théoriques ont été développés dans un cadre d'hypothèses très strict : absence de gradient d'humidité dans le support, pour que son humidité moyenne soit égale à son humidité à l'interface support-pellicule. Ces calculs ont été validés par simulations concernant un système où la résistivité de la pellicule est 100 fois plus élevée que celle du support, et l'étude de systèmes à résistance diffuse hétérogène a montré qu'à partir de certaines épaisseurs de pellicules les règles de passage entre les coefficients RDH et CPF restent applicables quand les rapports entre les résistivités du support et de la pellicule sont compris entre 5 et 20. La résistivité de la pellicule n'est probablement pas assez différente de celle de la semence pour pouvoir être estimée très précisément par le modèle CPF. Nous rappelons par ailleurs que la qualité de la régression linéaire entre dose et pellicule est médiocre, et que les épaisseurs de la pellicule B sont très variables (variations intra et inter-semences). Enfin, il faut noter que les ajustements de conductances des semences pelliculées par le modèle CPF ne tiennent pas compte de la fissuration de la pellicule. De même, ils ne tiennent pas compte de manière explicite de la mouillabilité de la pellicule.

Pour les billes de silice, qui sont hydrophiles (pas d'effet de mouillabilité) et qui ne gonflent pas (pas de fissuration de la pellicule), l'effet de la pellicule B sur l'imbibition peut être entièrement attribué à la résistivité de la pellicule. Cet effet est par ailleurs très marqué, ce qui permet une estimation a priori non biaisée de la résistivité de la pellicule B par le modèle CPF.

Conclusion

L'étude des cinétiques d'imbibition de billes de silice et de semences non-traitées et pelliculées à différentes doses de la pellicule B a montré que le modèle CPF pouvait, après ajustement d'un ou de deux paramètres, représenter le comportement des différents systèmes avec une très grande précision.

Nous avons fait une analyse plus approfondie du sens physique des paramètres ajustés par le modèle CPF. Cette analyse fait ressortir la possibilité d'utiliser le modèle CPF pour caractériser la résistivité aux transferts d'eau de la pellicule B lorsque celle-ci est appliquée sur des billes de silice. En absence d'effets autres que celui de résistance aux transferts d'eau, cette résistivité pourrait permettre de prévoir l'effet de la pellicule B sur l'imbibition de différents supports (remplacement des termes c_{sup} et d_{sup} dans l'équation [5]). Les possibilités d'extrapolation restent cependant limitées à des supports ayant des résistivités suffisamment inférieures à celle de la pellicule (ce seuil reste à définir). Elles sont également à moduler en fonction de l'existence d'interactions entre la pellicule et ces autres supports. Ainsi, la fissuration de la pellicule sous l'effet du gonflement du support et/ou des phénomènes de mouillabilité peuvent diminuer l'effet de résistance aux transferts d'eau de la pellicule.

De manière plus générale, les possibilités d'extrapolation de résistivités ajustées par le modèle CPF sont limitées d'une part par les hypothèses du modèle et d'autre part par l'existence de phénomènes mal compris, qui sont difficilement intégrables dans un modèle à l'heure actuelle.

2. Pellicule A

2.1. Imbibition en phase gazeuse

a. Qualité des ajustements réalisés avec le modèle CPF

Sur la figure 5.12, nous avons superposé les cinétiques mesurées ainsi que les cinétiques simulées par le modèle CPF après ajustement de 1 ou 2 paramètres, pour des semences de maïs traitées aux doses 0.5N, 0.75N et 2N de la pellicule A. La somme des carrés des écarts entre les humidités mesurées et les humidités simulées est plus importante pour la pellicule A que pour la pellicule B. Le modèle CPF paraît néanmoins parfaitement adapté à l'analyse des transferts d'eau à travers la pellicule A, car les cinétiques simulées ne présentent pas de biais par rapport aux cinétiques mesurées.

Les valeurs des différents paramètres ajustés sont présentées dans le tableau 5.3.

paramètres ajustés		doses					
nombre	valeurs	0	0.5N	0.75N	N	1.5N	2N
2	a	0,413	0,287	0,203	0,237	0,241	0,225
	b	6,35	5,83	5,07	6,42	4,29	5,16
1	a	0,445	0,277	0,170	0,257	0,174	0,194

Tableau 5.3 : Résultats des ajustements de conductances $D'_{CPF}(\omega) = a \cdot \exp(b \cdot \omega)$ par le modèle CPF sur des cinétiques d'imbibition en phase gazeuse de semences pelliculées (pellicule A). Pour l'ajustement à 1 paramètre $b=6$.

Comme pour la pellicule B, les paramètres a et b issus des ajustements de conductance D'_{CPF} sont très corrélés et le coefficient b varie peu en fonction de la dose. Nous pouvons donc réaliser des ajustements de conductance en fixant b sans dégrader la précision de la représentation.

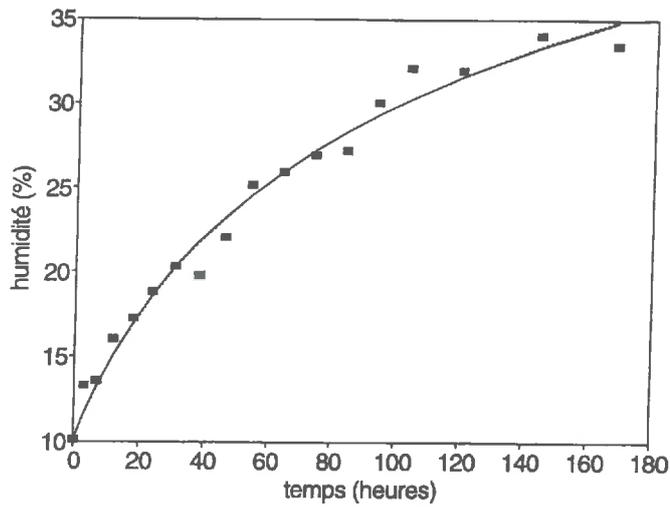


figure 5. 12. a : Dose N/2

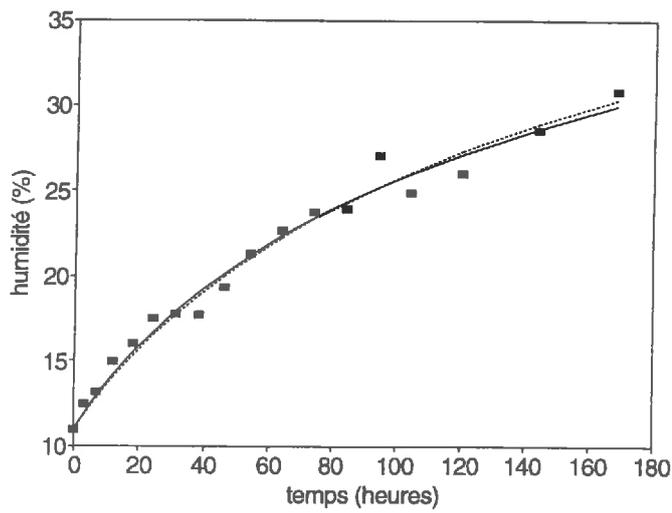


figure 5. 12. b : Dose 0,75N

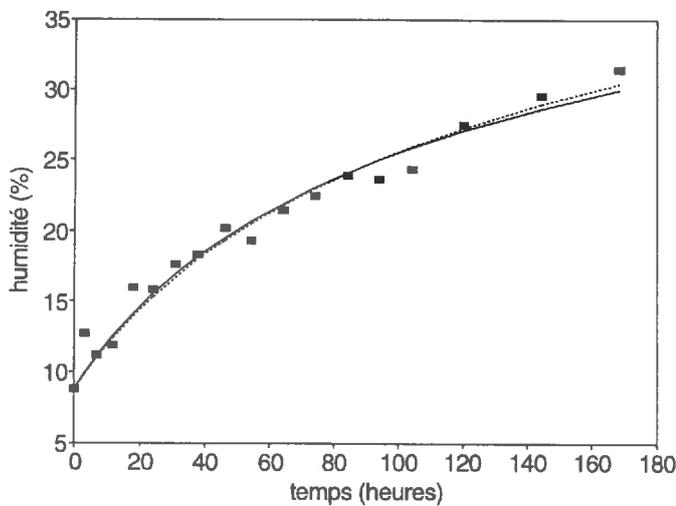


figure 5. 12. c : Dose 2N

figure 5. 12 : Cinétiques d'imbibition de semences de maïs pelliculées (pellicule A) en phase gazeuse. Les marques représentent les humidités mesurées, les lignes représentent les humidités simulées après ajustement de 2 (lignes continues) ou 1 (lignes pointillées) paramètre(s) par le modèle CPF.

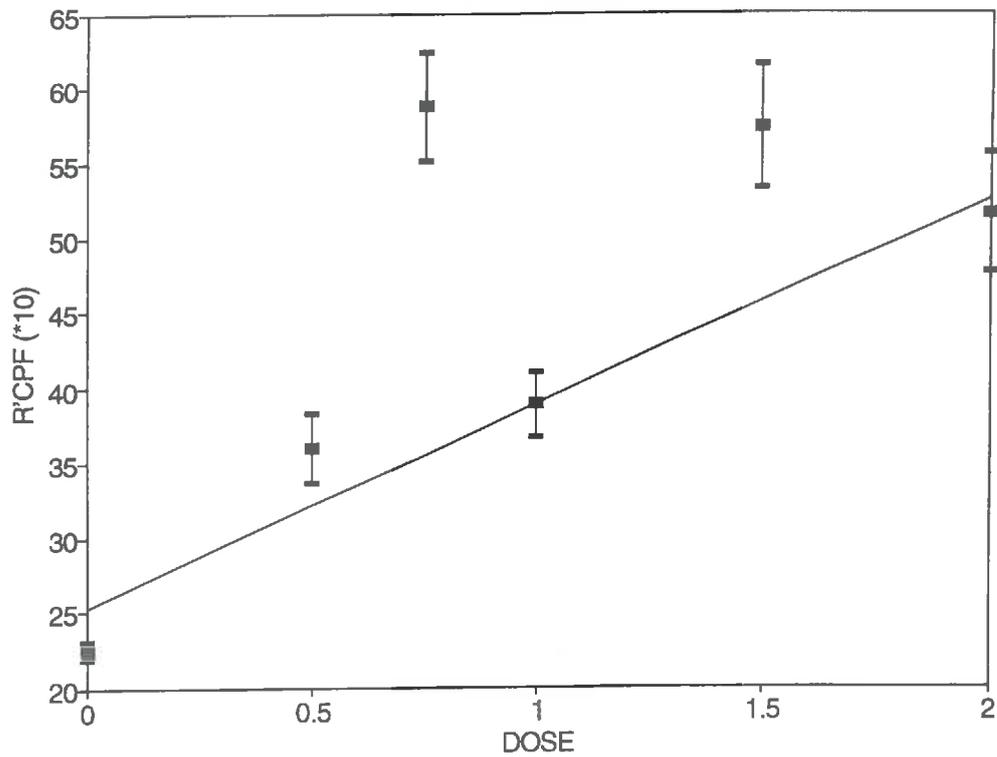


figure 5. 13 : Relation entre doses de pellicule A appliquées sur semences et résistances calculées à partir des paramètres ajustés par le modèle CPF sur les cinétiques d'imbibition en phase gazeuse. Les fonctions ajustées sont de type $D'_{CPF}(\omega) = a \cdot \exp(6 \cdot \omega)$, et les résistances correspondent au rapport $1/a$.

b. Résistance de la pellicule A

i. Ajustement de 1 paramètre

Dans ce paragraphe, on étudie la nature de la relation entre la dose appliquée et le terme $\frac{1}{a}$ qui est proportionnel à la résistance de la semence pelliculée. Sur la figure 5.13, où nous avons porté l'ensemble des points expérimentaux, le profil de la relation dose-résistance apparaît très irrégulier. Les tendances que nous avons pu dégager de l'analyse des cinétiques d'imbibition sont confirmées et précisées sur ce graphique : la résistance des semences pelliculées aux doses 0.75N et 1.5N sont équivalentes à la résistance de la dose 2N, et la résistance augmente de manière approximativement linéaire entre les doses 0, 0.5N, N et 2N.

Les valeurs des résistances des doses 0.75 et 1.5N ne peuvent être expliquées par des variations d'épaisseur de la pellicule. Elles sont probablement liées à des problèmes technologiques. Nous rappelons en effet que ces 2 doses ont été appliquées environ 4 mois après que les premiers traitements aient été effectués et que la densité de la dose 1.5N est supérieure à toutes les autres.

La qualité de la régression linéaire entre les doses 0, 0.5N, N et 2N est inférieure à celle de la régression ajustée dans les mêmes conditions pour les semences et la pellicule B. Cette régression permet néanmoins de définir une résistivité R_{CPF} à partir de la pente de la droite de régression entre $1/a$ et la dose. On pose :

$$\frac{1}{a} = \lambda_1 \cdot dose + \mu_1$$

et

$$R_{CPF}(\omega) = \lambda_1 \cdot \exp(-6 \cdot \omega) \quad [11]$$

Etant donné la faible valeur du coefficient de corrélation entre dose et résistance ($\rho = 0,97$ pour 2 degrés de liberté), on peut penser que cette relation ne permettra pas d'estimer très précisément la résistivité de la pellicule A.

ii. Ajustement de 2 paramètres

Les relations dose-résistance pour des valeurs de résistances issues d'ajustements CPF avec 2 paramètres libres présentent des profils semblables au profil décrit précédemment, mais la qualité de la régression linéaire entre 0, 0.5N, N et 2N est meilleure quelle que soit l'humidité considérée (figure 5.14). Comme pour la pellicule B, les écarts entre les profils de résistance liés au nombre de paramètres ajustés ne trouvent pas d'explication simple, et nous amènent à analyser les différents résultats obtenus avec prudence.

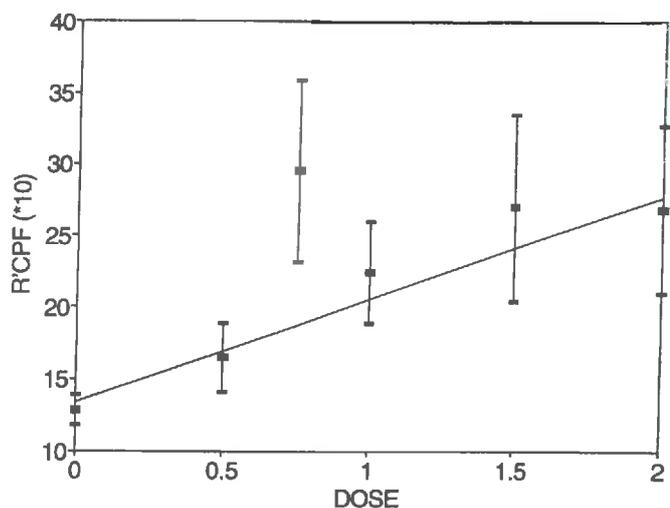


figure 5. 14. a : Humidité : 10 %

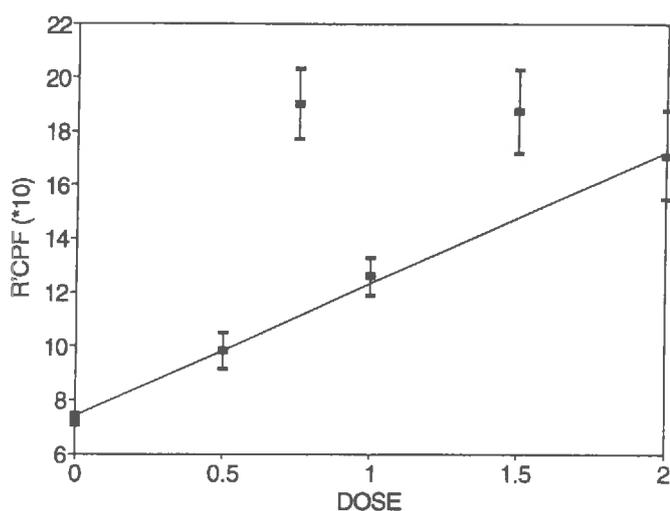


figure 5. 14. b : Humidité : 20 %

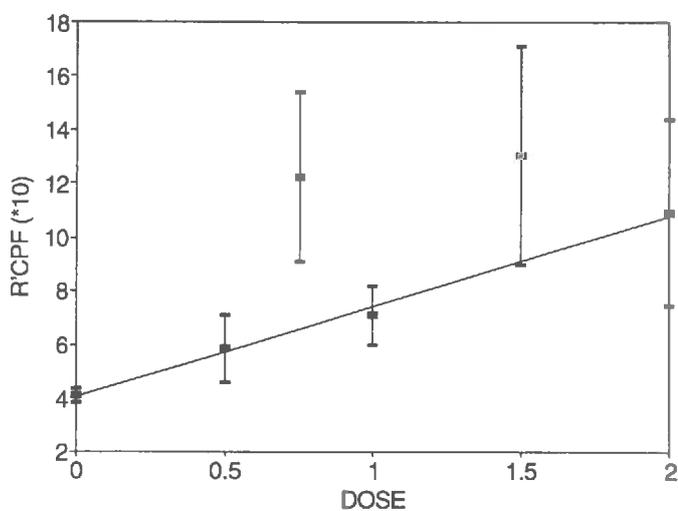


figure 5. 14. c : Humidité : 30 %

figure 5. 14 : Relations entre doses de pellicule A appliquées sur semences de maïs et résistances calculées à partir des paramètres ajustés par le modèle CPF sur les cinétiques d'imbibition en phase gazeuse. Les fonctions ajustées sont de type $D'_{CPF}(\omega) = a \cdot \exp(b \cdot \omega)$, et les résistances R'_{CPF} correspondent aux rapports $1 / D'_{CPF}$.

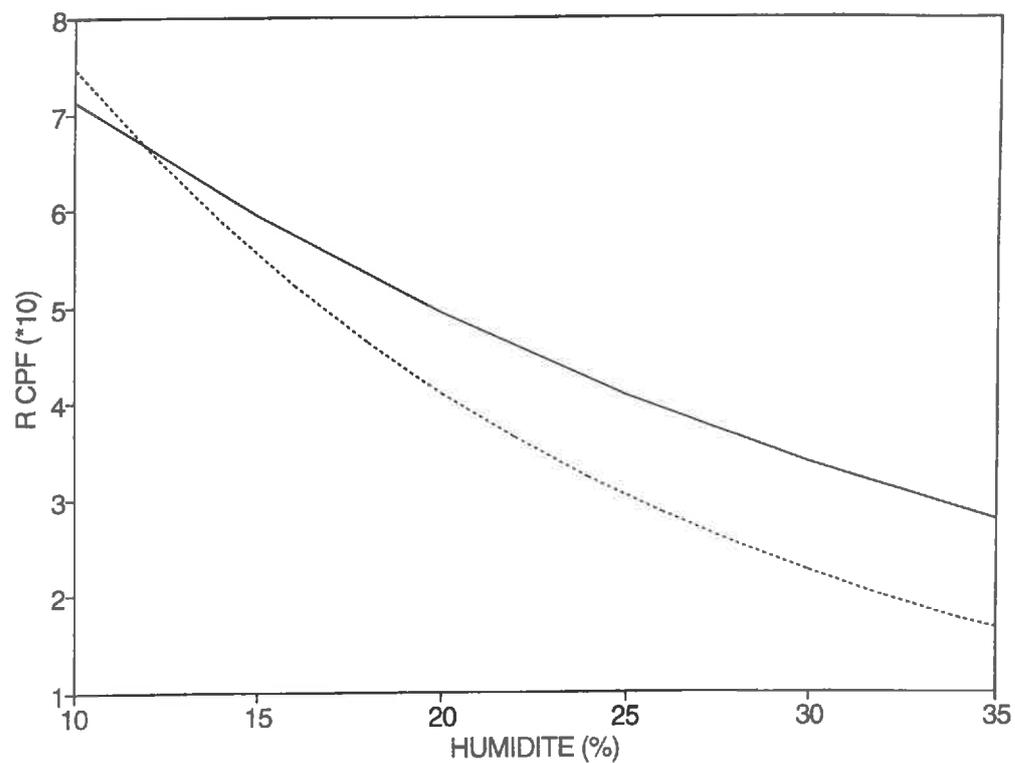


figure 5. 15 : Résistivités de la pellicule A définies à partir des paramètres ajustés par le modèle CPF sur les cinétiques d'imbibition de semences pelliculées. Les résistivités sont calculées après ajustement de 2 (lignes continues) ou 1 (lignes pointillées) paramètre(s) par le modèle CPF.

Les droites de régression entre résistances globales ajustée et dose de pellicule appliquée sont définies comme suit :

$$R'_{CPF}(\omega) = \lambda_2(\omega) \cdot dose + \mu_2(\omega)$$

A partir des pentes de ces droites, nous définissons la quantité R_{CPF} suivante :

$$R_{CPF}(\omega) = \lambda_2(\omega) \quad [12]$$

iii. Comparaison des résistivités déduites des ajustements réalisés avec 1 et 2 paramètres

Les équations [11] et [12] ont été représentés sur la figure 5.15. On constate que la résistivité estimée à partir de l'ajustement de 1 paramètre est légèrement supérieure à la résistivité estimée avec 2 paramètres libres en début d'imbibition, mais la tendance s'inverse et les écarts se creusent à partir de 12 % d'humidité. Compte tenu des conclusions du paragraphe b. i, on peut penser que cette deuxième estimation est meilleure que la première.

Aux doses 0.5N, N et 2N, l'effet de la pellicule A sur l'imbibition des semences en phase gazeuse est lié à la résistivité de la pellicule. Cette résistivité peut être estimée par le modèle CPF. Dans ce cas, elle est référencée par rapport à l'humidité moyenne de la semence et la précision de l'estimation est meilleure quand les deux paramètres de la conductance sont ajustés simultanément. Aux doses 0.75N et 1.5N, l'influence de la pellicule A sur l'imbibition des semences ne peut être expliquée par la résistivité précédemment définie. Elle est probablement liée à des effets technologiques actuellement non-maitrisés et ayant des conséquences importantes sur la structure des pellicules. L'existence de ces effets limite la portée de l'analyse précédente.

2.2. Phase liquide

Les imbibitions de semences pelliculées A en phase liquide ont été réalisées en eau libre. Les données ont été analysées avec le modèle CPF (ajustements de 2 puis 1 paramètres), et le modèle RDH (ajustement de 2 puis 1 paramètres pour les semences non-traitées et ajustement d'1 seul paramètre pour les semences pelliculées). Nous avons étudié la qualité des ajustements, et la valeur du rapport $\frac{R_{CPF}}{R_{RDH}}$.

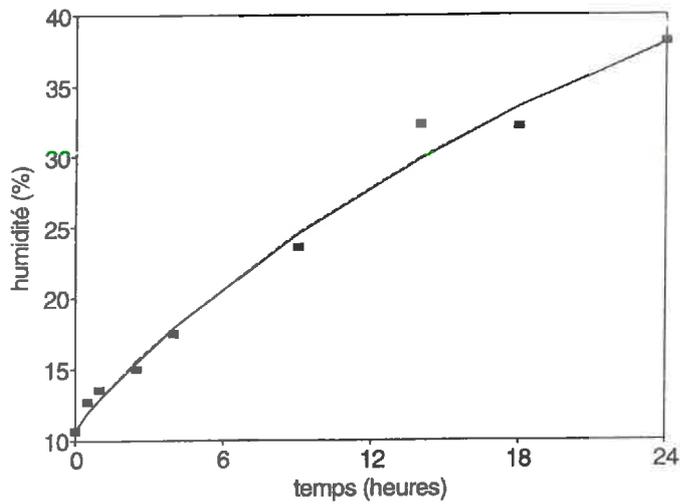


figure 5. 16. a : Dose N/2

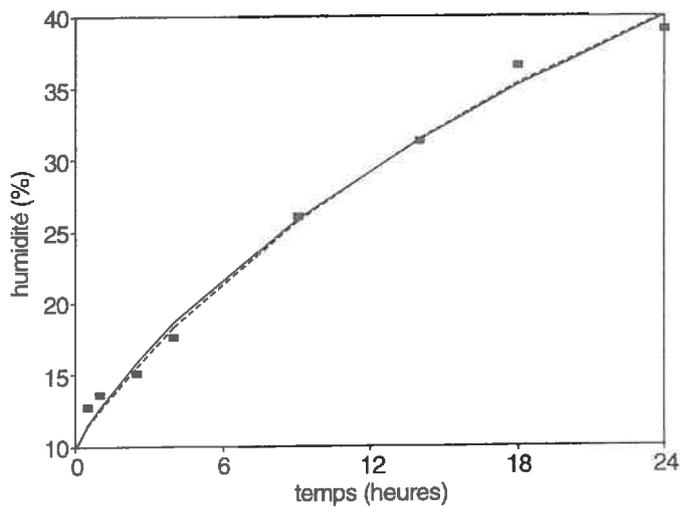


figure 5. 16. b : Dose N

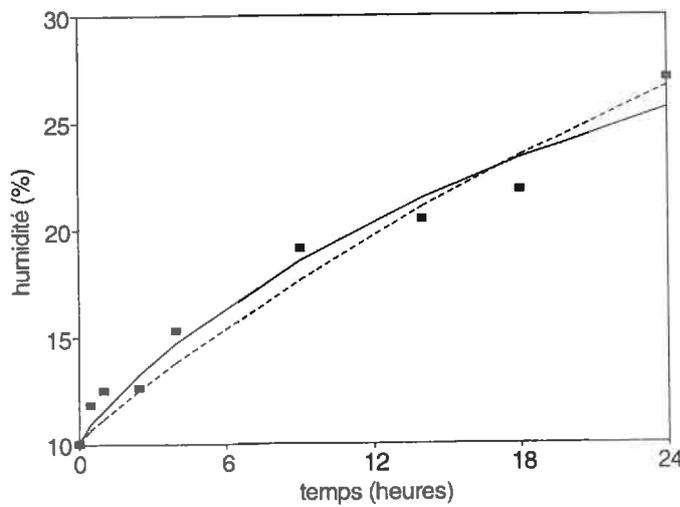


figure 5. 16. c : Dose 1,5N

figure 5. 16 : Cinétiques d'imbibition de semences de maïs pelliculées (pellicule A) en eau libre. Les marques représentent les humidités mesurées, les lignes représentent les humidités simulées après ajustement de 2 (lignes continues) ou 1 (lignes tiretées) paramètre(s) par le modèle CPF.

2. 2. 1. Ajustement de conductances par le modèle CPF.

a. Qualité des ajustements

Sur la figure 5.16, nous avons superposé les cinétiques mesurées ainsi que les cinétiques simulées par le modèle CPF après ajustement de conductances à 2 ou 1 paramètres libres, pour des semences de maïs traitées aux doses 0.5N, N et 1.5N de la pellicule A. Pour cette pellicule, la somme des carrés des écarts (divisée par le nombre de points expérimentaux) entre les humidités mesurées et les humidités simulées est plus importante pour la phase liquide que pour la phase gazeuse. Le modèle CPF paraît néanmoins parfaitement adapté à l'analyse des transferts d'eau à travers la pellicule A car les cinétiques simulées, après ajustement simultané des 2 paramètres de la conductance, ne présentent pas de biais par rapport aux cinétiques mesurées. L'irrégularité des humidités mesurées est probablement en partie liée à des artefacts expérimentaux, car les semences des différents échantillons peuvent être plus ou moins bien essuyées.

Comme pour la phase gazeuse, les paramètres a et b issus des ajustements de conductance CPF à 2 paramètres libres sont très corrélés, mais le paramètre b présente d'importantes variations. Les valeurs de b relatives aux doses 0, 0.5N et N sont proches de 11.6, alors pour les 3 autres doses, b est beaucoup plus faible. Ces différences peuvent être rapprochées de la dépendance du paramètre b ajusté à la durée d'imbibition (résultat du chapitre 2). La valeur de b dépend donc de la gamme d'humidité rencontrée au cours de la cinétique. Comme les doses 0.75N, 1.5N et 2N retardent l'imbibition, l'humidité des semences pelliculées ne dépasse pas 30% après 24 heures d'imbibition, alors qu'elle est d'environ 40 % pour les autres doses.

Nous ne pouvons pas réaliser d'ajustements en fixant b sans dégrader la précision de la représentation pour l'un des deux groupes de cinétiques analysées. Nous privilégions la qualité des ajustements pour les imbibitions les plus rapides, et fixons $b=11,6$.

Les valeurs des différents paramètres ajustés sont présentées dans le tableau 5.4.

paramètres ajustés		doses					
nombre	valeurs	0	0.5N	0.75N	N	1.5N	2N
2	a	-36,6	-38,2	-37,8	-37,9	-38,1	-37,8
	b	9,0	11,8	5,0	11,2	7,0	6,5
1	a	-37,3	-38,2	-39,0	-38,0	-38,9	-38,6

Tableau 5.4 : Résultats des ajustements de conductances $K'_{CPF}(\omega) = \exp(a) \cdot \exp(b \cdot \omega)$ par le modèle CPF sur des cinétiques d'imbibition en phase gazeuse de semences pelliculées (pellicule A). Pour l'ajustement à 1 paramètre $b=11,6$.

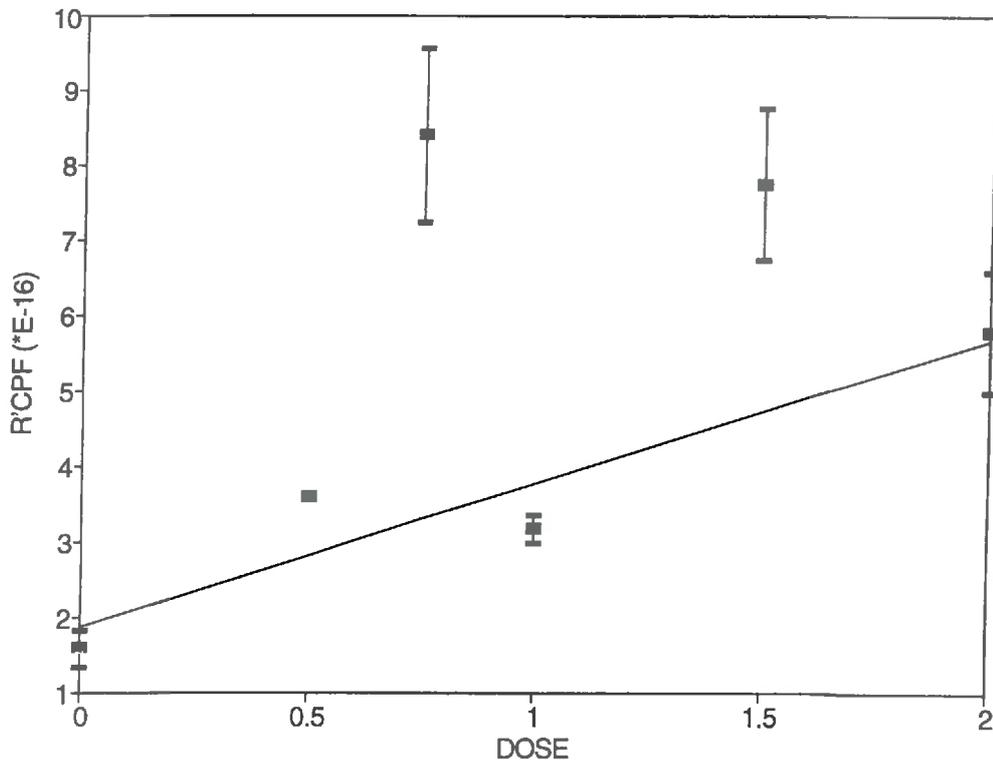


figure 5. 17 : Relation entre doses de pellicule A appliquées sur semences et résistances calculées à partir des paramètres ajustés par le modèle CPF sur les cinétiques d'imbibition en eau libre. Les fonctions ajustées sont de type $K'_{CPF}(\omega) = \exp(a) \cdot \exp(11,6 \cdot \omega)$, et les résistances correspondent au rapport $1/a$.

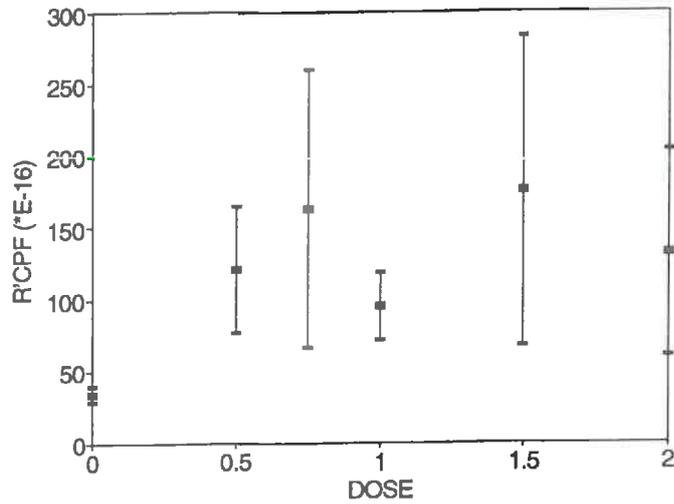


figure 5. 18. a : Humidité : 10 %

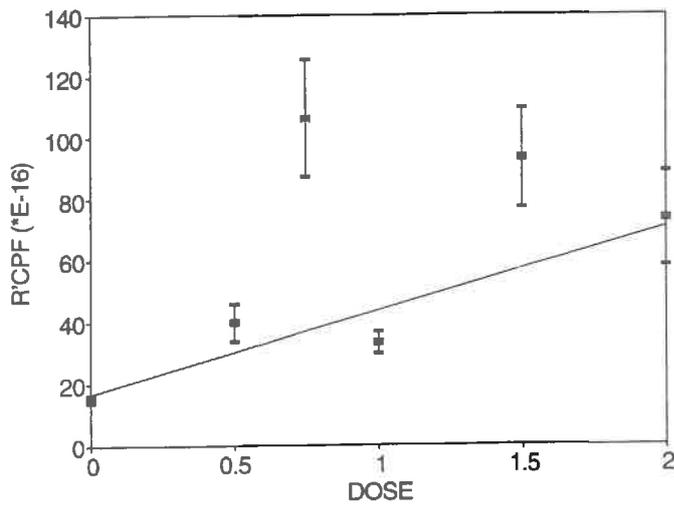


figure 5. 18. b : Humidité : 20 %

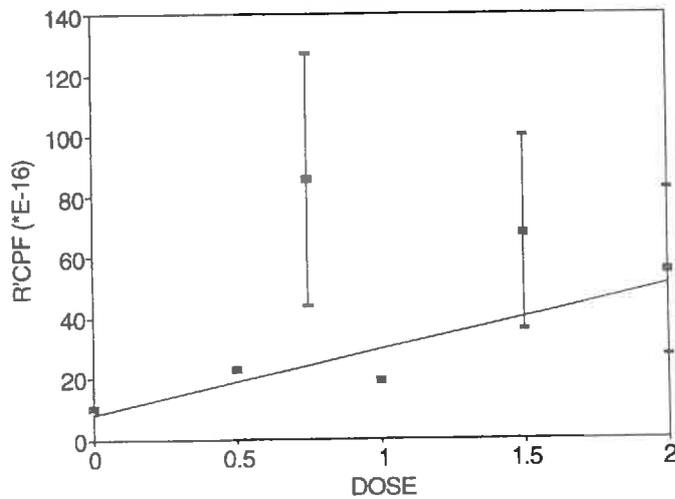


figure 5. 18. c : Humidité : 25 %

figure 5. 18 : Relations entre doses de pellicule A appliquées sur semences de maïs et résistances calculées à partir des paramètres ajustés par le modèle CPF sur les cinétiques d'imbibition en eau libre. Les fonctions ajustées sont de type $K'_{CPF}(\omega) = \exp(a) \cdot \exp(b \cdot \omega)$, et les résistances R'_{CPF} correspondent aux rapports $1 / K'_{CPF}$.

b. Effet de résistance de pellicules

i. Ajustement de 1 paramètre

Dans ce paragraphe, nous avons étudié la relation entre la dose et le terme $\frac{1}{a}$ qui est proportionnel à la résistance de la semence pelliculée. Sur la figure 5.17, où nous avons porté l'ensemble des points expérimentaux, le profil de la relation dose-résistance apparaît plus irrégulier que celui obtenu pour la phase gazeuse. La résistance des semences pelliculées aux doses 0.75N et 1.5N sont équivalentes à la résistance de la dose 2N. La résistance de la dose N est légèrement inférieure à celle de la dose 0.5N.

Les valeurs des résistances des doses 0,75 et 1.5N sont en accord avec les résultats obtenus pour les imbibitions en phase gazeuse, mais les écarts observés entre les résistances des doses 0.5N et N posent problème. Ces écarts pourraient être liés à des artefacts expérimentaux. En effet, la détermination du poids humide des semences a été faite par pesée successive des semences pelliculées qui ont été recueillies dans une même tare. Si les semences ne sont pas parfaitement essuyées et si la tare n'est pas séchée entre chaque pesée, il est possible qu'on puisse surestimer de manière systématique l'humidité des semences aux doses les plus fortes (le rang des pesées n'a pas varié, il allait de 0.5N à 2N). Ainsi, la résistance de la dose N pourrait être sous-estimée par rapport à celle de la dose 0.5N.

Etant données les incertitudes qui pèsent sur ces données, nous ne présentons pas ici les résistivités définies pour les différentes doses de la pellicule A et pour les transferts d'eau en phase liquide.

ii. Ajustement de 2 paramètres

Au delà de 10 % d'humidité, les relations dose-résistance, pour des valeurs de résistances issues d'ajustements CPF avec 2 paramètres libres, présentent des profils semblables au profil décrit précédemment (figure 5.18). A 10 % d'humidité, la résistance des semences pelliculées apparaît indépendante de la dose appliquée. Comme pour les cas précédemment traités, nous ne savons pas interpréter les écarts entre les profils de résistance liés au nombre de paramètres ajustés.

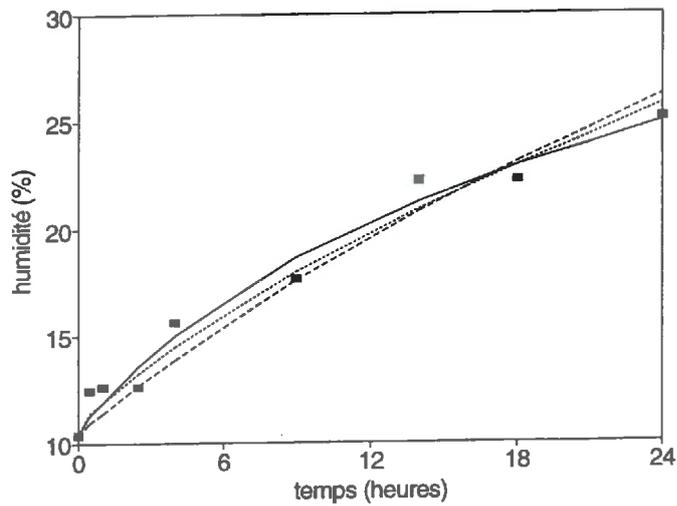


figure 5. 19. a : Dose 0,75N

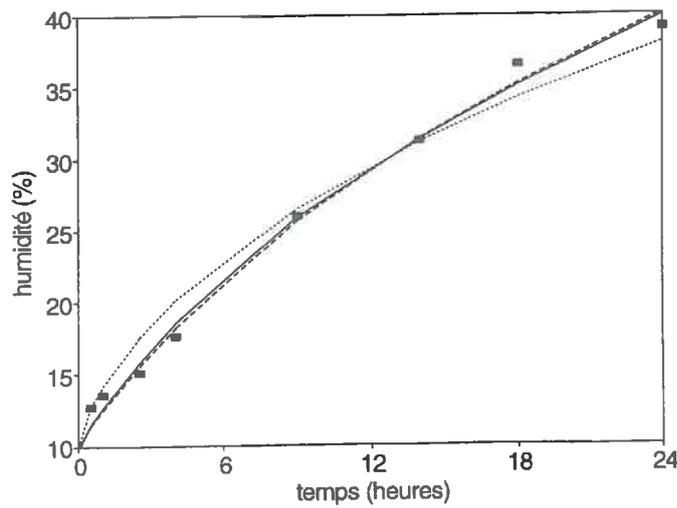


figure 5. 19. b : Dose N

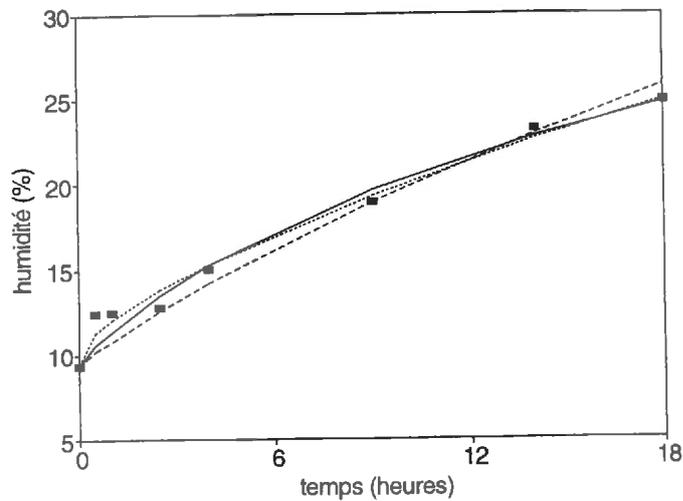


figure 5. 19. c : Dose 2N

figure 5. 19 : Cinétiques d'imbibition de semences de maïs pelliculées (pellicule A) en eau libre. Les marques représentent les humidités mesurées, les lignes représentent les humidités simulées après ajustement de 2 (lignes continues) ou 1 (lignes tiretées) paramètre(s) par le modèle CPF, ou après ajustement d'1 paramètre par le modèle RDH (lignes pointillées).

2.2.1. Ajustement de conductivités par le modèle RDH.

La détermination rigoureuse de la conductivité d'une pellicule par le modèle RDH nécessite la connaissance de l'épaisseur et des propriétés d'absorption de cette pellicule. La pellicule A n'ayant pas été appliquée sur billes de verre pour des raisons technologiques, nous n'avons pas pu déterminer sa courbe $\psi(\omega)$. Nous avons donc supposé que ses propriétés d'absorption sont identiques à celles de la semence non-traitée de façon à pouvoir analyser les cinétiques d'imbibition en phase liquide à l'aide du modèle RDH. De ce fait, nous ne pouvons pas prétendre déterminer une conductivité réelle de la pellicule A. Notre objectif est surtout d'estimer les rapports entre les résistivités ajustées respectivement par le modèle CPF et le modèle RDH pour les différentes doses de pellicules étudiées et de comparer ces rapports aux résultats théoriques du chapitre 2. Pour ce faire, les ajustements de conductivité K_{RDH} n'ont concerné qu'un paramètre et l'exposant b a été fixé à 11,6, comme pour les ajustements de conductance K'_{CPF} .

Les courbes présentées sur la figure 5.19 montrent que les ajustements CPF et RDH aboutissent à des cinétiques d'imbibition parfois différentes, mais qui présentent des écarts entre la somme des carrés des données simulées et expérimentales similaires. Sur la figure 5.20, nous avons représenté le rapport $1/a$ en fonction de la dose de pellicule appliquée. Le profil de cette courbe est en accord avec les résultats obtenus précédemment. On constate que la résistivité de la pellicule est fonction de la dose appliquée. Elle est maximale pour 0,75N et 1,5N et varie peu entre 0,5N, N et 2N. La résistivité de la dose N est néanmoins inférieure à celle de la dose N.

Le rapport des résistivités estimées respectivement par les modèles CPF et RDH est représenté sur la figure 5.21. Nous constatons que ce rapport est indépendant de la dose appliquée et qu'il vaut environ 0,35. Bien que la courbe théorique obtenue dans le chapitre 2 (figure 2.11) ressemble à une fonction exponentielle décroissante, on peut penser qu'il n'y a pas de désaccord entre le résultat expérimental et le résultat obtenu pour des cinétiques d'imbibition simulées. En effet, la courbe théorique représente le rapport des résistivités CPF/RDH pour une gamme d'épaisseurs de pellicules comprenant des épaisseurs très faibles (jusqu'à 2 microns) et correspond à des systèmes où la résistivité de la pellicule est 10 fois plus élevée que celle du support. Pour la courbe expérimentale, l'épaisseur minimale appliquée est de l'ordre de 30 microns et la résistivité de la pellicule semble environ 20 fois plus élevée que celle du support (figure 5.20). Les points expérimentaux sont donc situés dans une zone où le rapport théorique des résistivités CPF/RDH varie peu avec l'épaisseur appliquée. Cette zone correspond au domaine dans le lequel le modèle CPF permet de faire des estimations non-biaisées de la résistivité d'une pellicule.

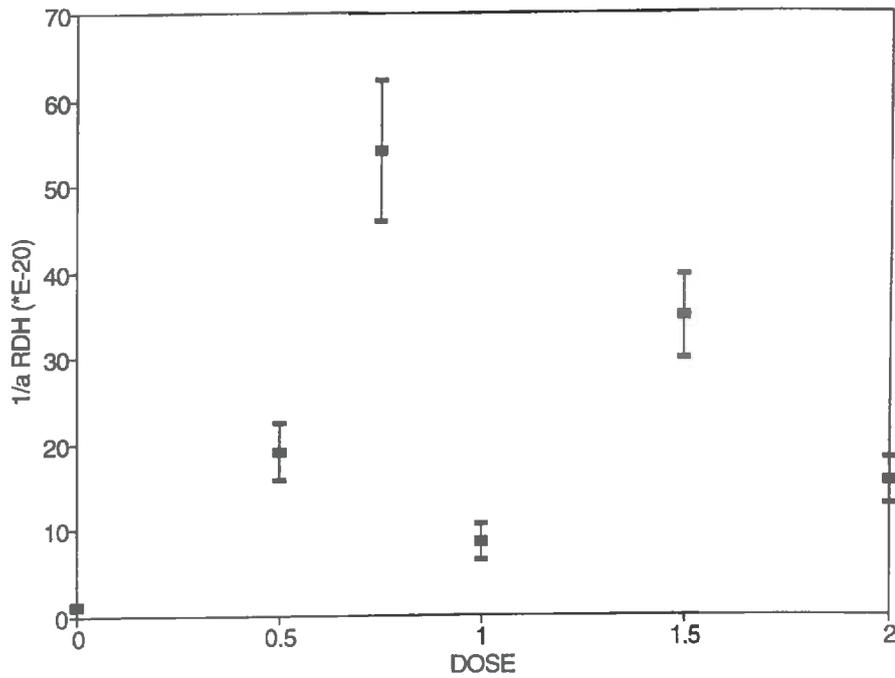


figure 5. 20 : Relation entre doses de pellicule *A* appliquées sur semences et résistances calculées à partir des paramètres ajustés par le modèle RDH sur les cinétiques d'imbibition en eau libre. Les fonctions ajustées sont de type $K_{RDH}(\omega) = \exp(a) \cdot \exp(11,6 \cdot \omega)$, et les résistances correspondent au rapport $1/a$.

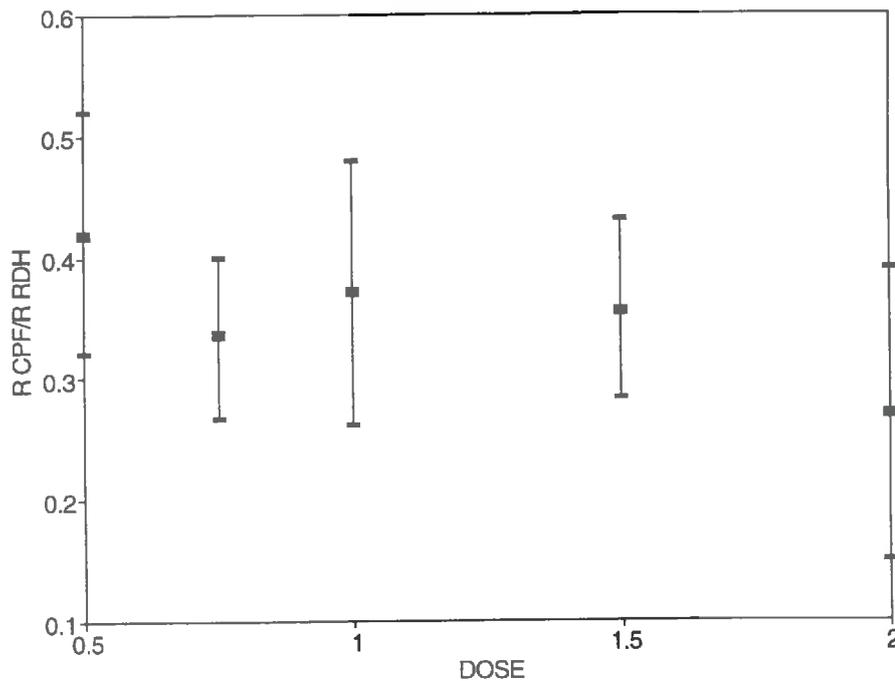


figure 5. 21 : Relation entre doses de pellicule *A* appliquées sur semences et rapport des résistivités calculées à partir des paramètres *a* ajustés par les modèles CPF et RDH sur les cinétiques d'imbibition en eau libre. Les fonctions ajustées sont de type $K'_{CPF}(\omega) = \exp(a) \cdot \exp(11,6 \cdot \omega)$ et $K_{RDH}(\omega) = \exp(a) \cdot \exp(11,6 \cdot \omega)$.

L'existence d'une règle de passage simple entre les résistivités ajustées par le modèle CPF et les résistivités de la pellicule A ajustées par le modèle RDH est probablement liée à la résistivité élevée de la pellicule A par rapport à celle de la semence. Elle peut être interprétée comme une validation des résultats obtenus par le modèle CPF.

Le modèle CPF apparaît donc comme un outil performant pour la détermination de la résistivité aux transferts d'eau en phase liquide de la pellicule A, lorsqu'elle est appliquée sur des semences de maïs. On peut par ailleurs admettre que ce résultat reste valable pour des transferts d'eau en phase gazeuse. D'un point de vue pratique, il n'est cependant pas possible à l'heure actuelle de déterminer les coefficients a_p et b_p de la pellicule A, car nous ne connaissons pas sa courbe $\psi(\omega)$. Cette lacune ne permet aucune extrapolation des résultats obtenus pour la pellicule A.

B. Etude de la variabilité de l'humidité

L'étude des corrélations entre poids sec et humidité pondérale des semences au sein de différents lots de semences non-traitées et pelliculées a montré qu'une partie des fluctuations des humidités mesurées au cours d'une cinétique pouvait être liée à la variabilité de la taille des semences qui engendre une variabilité des vitesses d'imbibition des semences. Pour savoir si la variabilité de taille des semences explique toute la variabilité des humidités moyennes observées et pour évaluer l'influence du pelliculage sur cette variabilité, nous avons comparé les données expérimentales avec des données simulées.

Pour cette étude, nous avons choisi de manière arbitraire de réaliser les simulations d'imbibition par le modèle CPF parce qu'il est plus simple à mettre en oeuvre.

1. Semences non-traitées

1.1. Cinétiques d'imbibition moyennes

Sur la figure 5.22, nous avons superposé 3 cinétiques d'imbibition de semences non-traitées en phase gazeuse :

- la cinétique expérimentale ;
- la cinétique simulée par le modèle CPF après ajustement de la conductance sur les humidités mesurées ;
- la cinétique simulée pour des échantillons de 20 semences se différenciant uniquement par les poids sec (et a fortiori, par les volumes et les surfaces qui sont corrélés au poids sec).

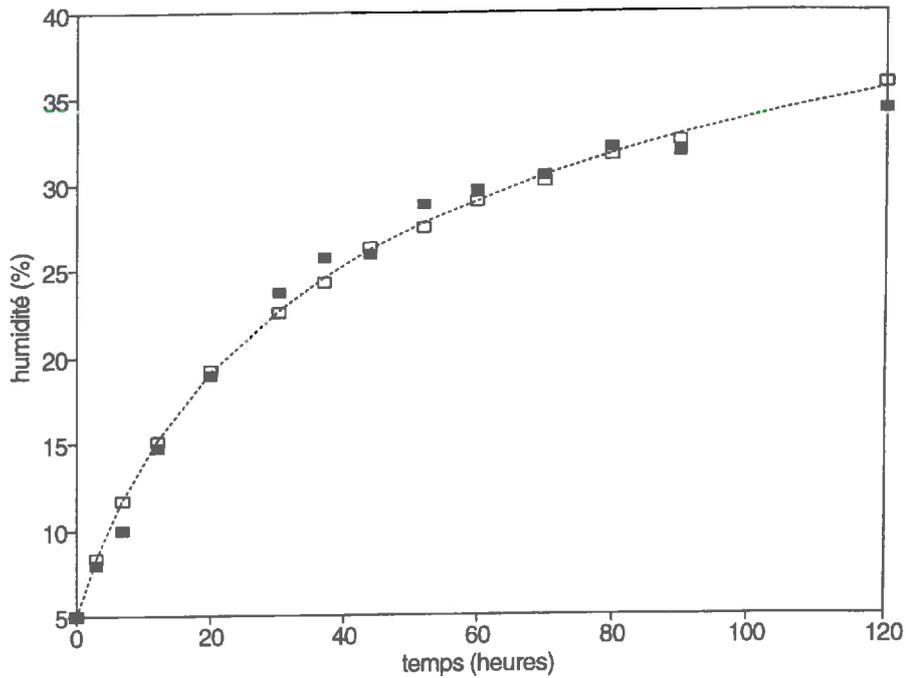


figure 5. 22 : Cinétiques d'imbibition en phase gazeuse de semences non-traitées. Les marques noires représentent les humidités mesurées, la ligne pointillée représente l'humidité simulée après ajustement par le modèle CPF, les marques blanches représentent les humidités simulées d'échantillons de 20 semences.

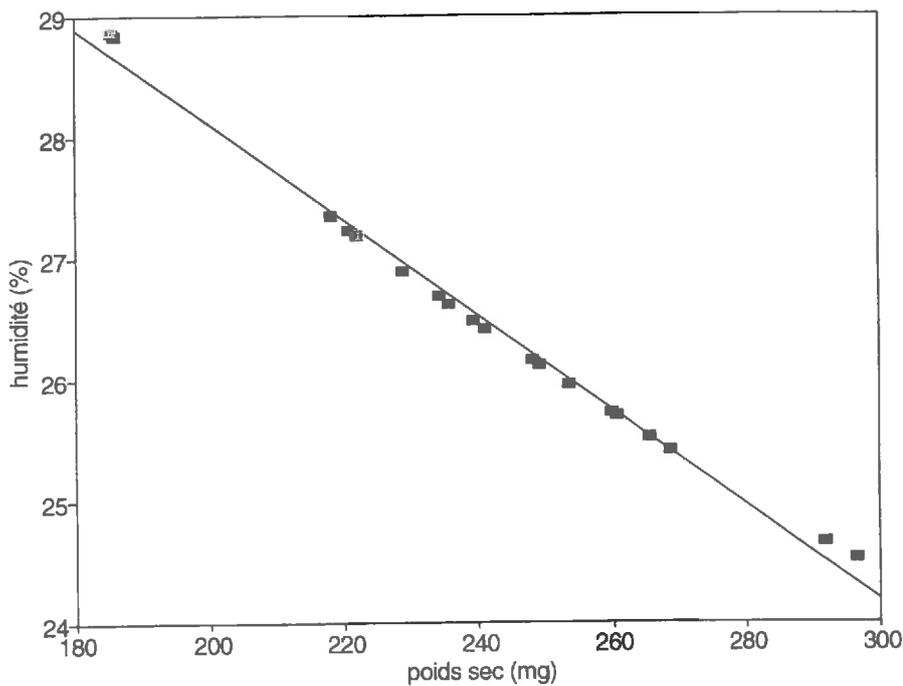


figure 5. 23 : Relation entre poids sec et humidité de 20 semences virtuelles générées de manière aléatoire et "imbibées" en phase gazeuse. La ligne continue représente la régression linéaire entre poids sec et humidité.

On constate que les humidités mesurées présentent des fluctuations beaucoup plus importantes autour de la cinétique ajustée que les humidités simulées. La variabilité des humidités mesurées peut donc en partie s'expliquer par la variabilité des poids sec des semences, mais elle est également liée à d'autres facteurs. On peut penser que l'humidité initiale et la forme des semences ont une influence sur cette variabilité.

1.2. Corrélations poids sec - humidité

Pour évaluer la part de la variabilité des humidités mesurées liée à la variabilité de taille des semences, nous avons comparé les corrélations entre le poids sec et l'humidité pour les semences des différents échantillons. Les deux critères intéressants à comparer sont le coefficient de corrélation et la pente de la droite de régression.

Si la variabilité des humidités à une date donnée ne dépendait que du poids sec, on devrait avoir une relation sans alea et quasiment linéaire entre le poids sec et l'humidité, et le coefficient de corrélation devrait être très voisin de 1. Par contre, s'il existe d'autres sources de variabilité de l'humidité non directement corrélées au poids sec, on observera une certaine variabilité des humidités autour de la relation poids sec-humidité et le coefficient de corrélation sera plus ou moins différent de 1. La valeur du coefficient de corrélation renseigne donc sur l'existence de facteurs non-corrélés au poids sec ayant une influence sur la vitesse d'imbibition des semences.

Par ailleurs, la pente de la droite de régression entre poids sec et humidité dépend a priori de la date de mesure. Par rapport au cas où la distribution des poids sec (et donc des surfaces) est la seule source de variabilité de l'humidité, la pente de la relation entre poids sec et humidité à une date donnée peut être augmentée ou diminuée par l'existence d'autres facteurs corrélés au poids sec et ayant des effets sur l'imbibition.

Le coefficient de corrélation est voisin de 1 pour les données simulées quelle que soit la durée d'imbibition, alors qu'il oscille entre 0,14 et 0,74 pour les données mesurées. Cet écart s'explique par l'existence d'autres sources de variabilités non corrélées au poids sec et ignorées dans nos simulations (variabilité d'humidités initiales, de forme et/ou d'épaisseur de tégument par exemple).

A 44 heures d'imbibition, on constate que la pente de la droite de régression poids sec-humidité mesurée est très bien estimée par la pente de la droite de régression correspondant aux imbibitions simulées (figure 5.23). A cette date, la pente de la droite de régression entre poids sec et humidité mesurée est donc entièrement déterminée par l'influence du poids sec des semences sur la vitesse d'imbibition. D'après la figure 5.24, ce résultat peut se généraliser à toute la gamme des humidités rencontrées au cours de l'imbibition.

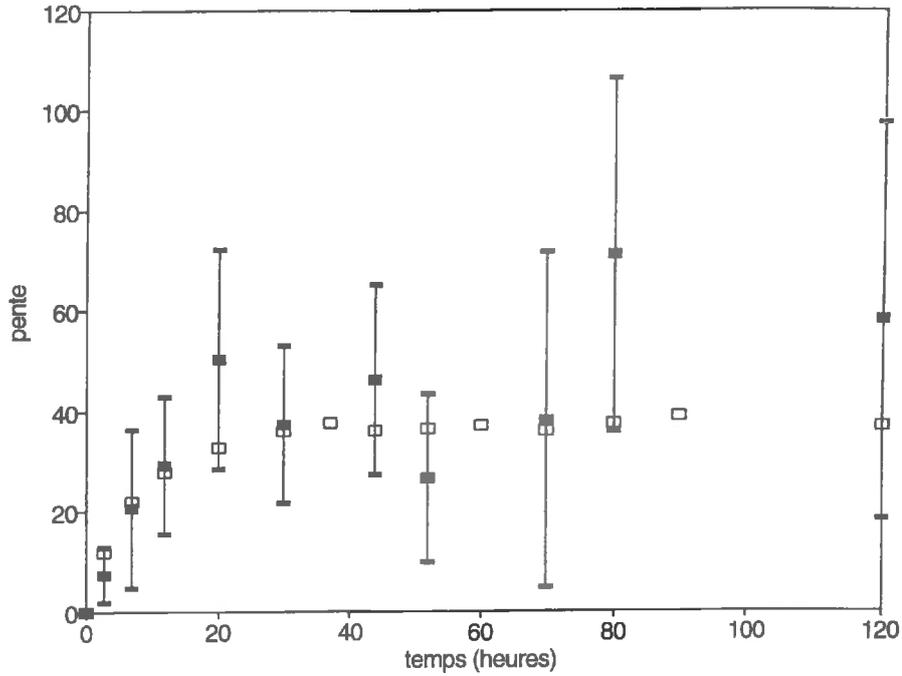


figure 5. 24 : Evolution de la pente de la droite de régression entre poids sec et humidité des semences au cours du temps. Chaque marque correspond à un échantillon de 20 semences imbibées en phase gazeuse. Les marques noires et blanches représentent respectivement les données expérimentales et simulées.

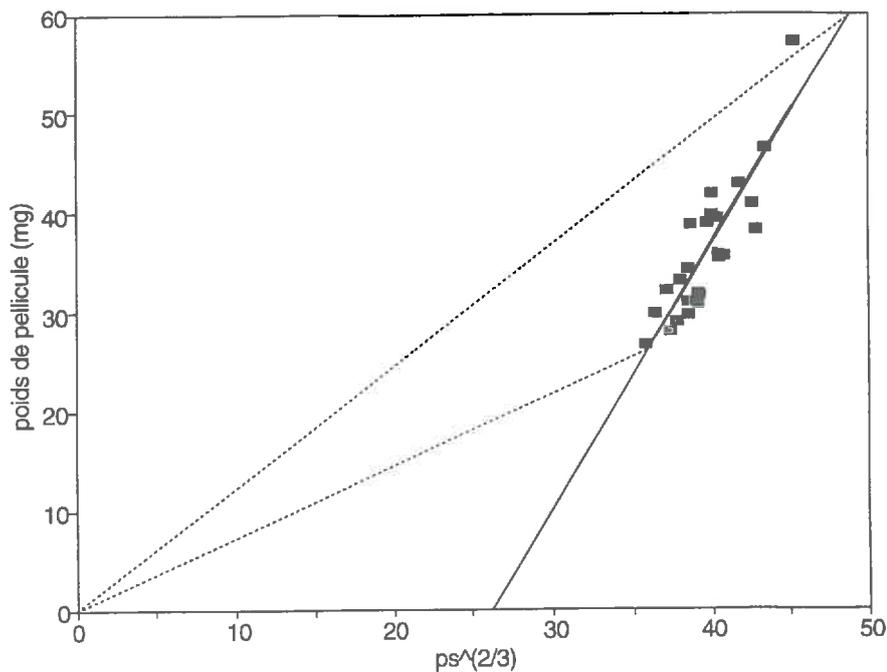


figure 5. 25 : Poids de pellicule appliqué en fonction de $ps^{2/3}$, qui est proportionnel à la surface de la semence. Les marques représentent les données expérimentales et la ligne continue représente la régression linéaire. Les pentes des droites en pointillé représentent les quantités de pellicule appliquée par unité de surface pour les semences de plus petite et plus grande taille.

2. Semences pelliculées

Comme pour les semences non-traitées, nous avons comparé les pentes des droites de régression entre poids sec et humidité mesurée avec les pentes des mêmes droites de régression correspondant aux humidités simulées. Ces différentes valeurs sont résumées dans le tableau 5.5.

pellicule	dose	humidité (%)	pentes mesurées		pentes simulées	
			moyenne	écart-type	moyenne	écart-type
A	N	18,2	27,0	6,7	24,4	0,7
		15,8	17,4	5,9	18,7	0,5
	22,4	27,3	5,1	29,5	0,7	
B	3N	28,0	55,7	11,9	36,6	0,7
		33,1	60,9	12,7	36,0	0,7
C	2.5N	20,6	36,0	8,5	35,7	0,8

Tableau 5.5 : Pentes des droites de régression entre les poids secs et les humidités de semences pelliculées, pour des données mesurées et simulées. Les échantillons ont été analysés à différentes dates au cours d'une imbibition en phase gazeuse.

Les semences traitées avec la pellicule B présentent une sensibilité de l'humidité à la taille des semences supérieure à celle des semences nues. L'influence de la taille des semences sur les vitesses d'imbibition semble donc être augmentée par la présence de la pellicule B. Cet effet est probablement lié à la variabilité de la quantité de pellicule appliquée par unité de surface. En effet, en étudiant la relation entre le poids de pellicule appliqué et $ps^{2/3}$ qui est proportionnel à la surface de la semence (figure 5.25), on constate que les semences de petite taille reçoivent moins de pellicule par unité de surface que les grandes. Nous avons montré par ailleurs qu'à la dose 3N, la pellicule B a un effet négatif sur l'imbibition des semences, et que l'effet négatif de B augmente avec la dose appliquée. L'imbibition des semences de petite taille est donc favorisée d'une part par un rapport "surface/volume" plus élevé et d'autre part par une quantité de pellicule (aux effets négatifs) par unité de surface moins importante.

Inversement, les semences traitées avec les pellicules A et C présentent des comportements similaires à celui des semences nues. Les pentes des droites de régression entre poids sec et humidité au sein d'un échantillon à une date donnée peuvent être entièrement expliquées par la variabilité des vitesses d'imbibition liée à une variabilité de poids sec des semences. Pour les

traitements A (dose N) et C (dose 2.5N), l'absence d'effet du pelliculage sur la variabilité des humidités est liée à une application homogène de la pellicule et/ou, pour C, à l'absence d'effet de la pellicule sur l'imbibition des semences en phase gazeuse.

D'une manière générale, on peut penser qu'une pellicule augmentera la variabilité de l'humidité entre semences si elle a un effet négatif sur l'imbibition et si la quantité de pellicule appliquée par unité de surface est plus importante pour les semences de grande taille, dont le rapport surface/volume est déjà défavorable à l'imbibition. Au contraire, si une pellicule n'a pas d'effet sur l'imbibition, elle n'aura pas d'effet sur la variabilité des humidités entre semences, quelque soit la régularité des applications.

D'un point de vue méthodologique, les résultats que nous avons obtenus montrent que le modèle CPF permet d'expliquer l'évolution de la relation poids sec - humidité des semences de manière très satisfaisante. Il serait intéressant de confronter ces résultats avec quelques simulations du modèle RDH.

Confrontation modèle-expérience : Bilan et perspectives

L'effet des pellicules sur l'imbibition en phases liquide et gazeuse de semences et de billes de silice a été analysé par le modèle CPF avec un double objectif : déterminer les conductivités des pellicules et évaluer leur influence sur la variabilité des humidités entre semences.

La caractérisation de la conductivité des pellicules à partir des cinétiques d'imbibition a permis d'analyser la relation entre dose de produit et résistance observée. Suivant le nombre de paramètres ajustés, cette relation peut être étudiée en terme de variations relatives indépendantes de l'humidité (1 paramètre ajusté) ou peut être étudiée spécifiquement pour différentes humidités (2 paramètres ajustés). Ainsi, selon les pellicules et les conditions d'imbibitions, on a pu mettre en évidence :

- un effet de mouillabilité qui s'observe aux faibles doses, et qui décroît avec l'humidité ;
- un effet de résistivité qui s'observe aux doses les plus élevées. Cet effet se traduit par une augmentation plus ou moins linéaire de la résistance globale observée avec la dose de pellicule appliquée.

D'un point de vue méthodologique, l'estimation des conductivités aux transferts d'eau en phase gazeuse ($D(\omega) = a_p \cdot \exp(b_p \cdot \omega)$) a été réalisée à partir des cinétiques d'imbibition de deux supports pelliculés (billes de silice et semences de maïs). L'utilisation du modèle CPF a abouti à des estimations de paramètres équivalents à 10% près pour le coefficient b_p et à 50% pour le coefficient a_p . Plusieurs critères nous amènent à penser que les estimations basées sur les billes de silice sont plus fiables que celles réalisées sur semences :

- propriétés hydrodynamiques des billes de silice permettant des transferts plus rapides et donc une homogénéisation des humidités facilitée par rapport aux semences. Ces caractéristiques permettent de limiter les différences entre l'humidité moyenne du support et son humidité à l'interface support-pellicule ;
- épaisseur plus homogène de la pellicule en raison de la forme sphérique des billes de silice ;
- absence de gonflement et de phénomènes associés au gonflement (augmentation de la surface de transfert et fissuration de la pellicule) ;
- mouillabilité du support permettant de se limiter à l'étude d'une résistivité (élimination des effets de mouillabilité de la pellicule).

Ces critères peuvent expliquer partiellement ou totalement les différences entre les paramètres ajustés sur billes et sur semences. Ils permettent également d'envisager des possibilités d'extrapolation des résultats obtenus sur billes de silice pour prévoir l'effet d'une pellicule sur d'autres supports.

La variabilité des humidités entre semences au cours de l'imbibition s'explique partiellement par l'étalement des poids secs qui déterminent le rapport surface/volume des semences. Cette variabilité résulte aussi en partie de facteurs non-corrélés au poids sec comme l'humidité initiale et, peut-être, par la forme des semences. Dans le cas des semences non-traitées et des pellicules A et C, la dépendance de l'humidité au poids sec est uniquement liée à l'influence du poids sec sur le rapport surface/volume. Dans le cas de la pellicule B (dose 3N), cette dépendance est accentuée par une épaisseur de pellicule qui augmente avec le poids de la semence.

Notre analyse du déterminisme de la variabilité des humidités au cours d'une imbibition mériterait d'être complétée à différents points de vue. Dans un premier temps, il conviendrait de vérifier que la prise en compte des différentes sources de variabilité recensées (notamment l'humidité initiale et le poids de pellicule) permet d'expliquer toute la variabilité observée. Il faudrait également s'assurer qu'une analyse par le modèle RDH permet d'aboutir aux mêmes conclusions sur le déterminisme de la variabilité des humidités entre semences. Enfin, la même étude devrait être réalisée pour des imbibitions en phase liquide, de façon à pouvoir resituer l'importance de ce phénomène dans des conditions plus proches de celles d'un sol.

L'ensemble de ce travail est basé sur l'analyse de systèmes pour lesquels support et support pelliculé présentent des conductivités ayant la même sensibilité à l'humidité. Nos résultats mériteraient d'être étendus à des systèmes présentant des propriétés hydrodynamiques quelconques. Pour ces systèmes, nous proposons de ne pas caractériser l'ensemble couche poreuse fictive et pellicule par une seule conductance (pour les phases liquide et gazeuse), mais d'associer aux deux milieux des caractéristiques estimées de manière indépendante.

CONCLUSION GENERALE

L'objectif de ce travail était d'étudier l'influence du pelliculage sur l'imbibition et la germination des semences. En effet, si l'intérêt des pelliculages pour un dosage plus précis et une meilleure adhésivité des produits phytosanitaires à la surface des semences est établie, cette forme de traitement peut avoir des effets secondaires négatifs sur la germination. Des retards à la germination ont été observés. Ces retards peuvent être liés à des phénomènes de phytotoxicité, mais il peuvent également résulter d'une diminution des vitesses d'imbibition et de respiration des semences. Ils justifiaient notre étude de l'influence du pelliculage sur les transferts d'eau et de gaz vers les semences.

Pratiquement, l'essentiel des travaux a concerné l'influence de 3 pellicules sur l'imbibition des semences de maïs. Nous avons associé expérimentation et modélisation pour mieux comprendre les mécanismes d'action des pellicules et pour pouvoir envisager l'extension des résultats obtenus à d'autres situations (prévision de l'effet des pellicules sur l'imbibition des semences quelles que soient la dose appliquée et l'espèce considérée).

Notre étude de l'imbibition des semences pelliculées en conditions contrôlées a montré que l'effet des pellicules est très variable. Une des pellicules ralentit l'imbibition des semences, alors qu'une autre n'a pas d'effet. La troisième pellicule n'a pas d'effet sur les transferts d'eau en phase liquide, alors qu'en phase gazeuse, elle accélère légèrement l'imbibition aux faibles doses et la ralentit pour les doses les plus élevées.

De manière générale, l'influence des pellicules sur l'imbibition des semences semble résulter de la somme de deux effets : un effet de résistance aux transferts au sens strict et un effet d'interface lié à la mouillabilité. Ces deux effets peuvent être plus ou moins modifiés par le comportement mécanique des pellicules. En phase gazeuse, les pellicules s'étirent ou se fissurent sous l'effet du gonflement des semences, en fonction de leur élasticité et de leur degré d'adhésion à la surface de la semence. Lors des imbibitions en phase liquide, il peut aussi y avoir une modification complète de la structure de la pellicule qui forme un gel continu autour de la semence. Pour une même pellicule, la stabilité structurale et l'influence respective des

deux modes d'action (résistance et mouillabilité) dépendent de la dose appliquée et de la nature du support.

La modélisation semble permettre une bonne analyse et une quantification précise des phénomènes observés. Ceci est dû aux possibilités d'estimer les propriétés hydrodynamiques des pellicules malgré notre méconnaissance de la structure de la semence vis-à-vis des transferts d'eau. Ces possibilités sont néanmoins limitées et excluent les pellicules dont les épaisseurs sont faibles et celles dont la résistance aux transferts d'eau n'est pas assez différente de celle des semences. Pratiquement, les estimations des propriétés hydrodynamiques des pellicules à partir des modèles et des imbibitions expérimentales montrent que :

- l'effet résistif est proportionnel à la dose quand il existe ;
- la caractérisation de l'effet résistif est indépendante du support ;
- l'effet de mouillabilité décroît avec l'humidité des semences.

Ces résultats concernent des cinétiques d'imbibition moyennes. A une date donnée, nous avons mis en évidence des écarts d'humidité entre semences non-traitées pouvant aller de 2% en début d'imbibition à 10% en fin de cinétique. Dans les mêmes conditions d'imbibition, i.e. en phase gazeuse, 10% d'écart sur l'humidité des semences correspondent à un retard d'environ 80 heures sur l'obtention de l'humidité critique. La variabilité des humidités entre semences peut donc entraîner un certain étalement des germinations. Cette variabilité est due à la distribution des rapports surface/volume au sein du lot de semences et à l'influence d'autres facteurs tels que l'humidité initiale et la forme des semences. Dans le cas de semences pelliculées, les écarts d'humidité entre les semences peuvent être augmentés par une distribution hétérogène des pellicules entre petites semences sous-dosées et grandes semences sur-dosées. Ainsi, pour une humidité moyenne de l'ordre de 25%, la variabilité de ces humidités entre semences est multipliée par un facteur d'environ 1,7 entre semences non-traitées et semences traitées à la dose 3N de la pellicule B.

En ce qui concerne la germination de semences pelliculées, nos expérimentations sur papier buvard et sous différentes atmosphères ont montré que le pelliculage pouvait retarder la germination (pellicule A), l'accélérer de manière significative (pellicule B) ou, enfin, ne pas modifier les cinétiques de germination des semences (pellicule C). Le calcul semble montrer que pour des pellicules assimilables à des milieux poreux saturés ou à des polymères plastiques, la concentration en O₂ pourrait être réduite de plusieurs pourcents à l'interface semence-pellicule et retarder ainsi la cinétique de germination.

Cependant, les mécanismes expliquant les cinétiques de germination des semences pelliculées dans l'air restent incertains (poids respectif des transferts d'eau, des transferts d'O₂ et d'autres facteurs éventuellement associés à la présence d'une pellicule ?)

Ce travail mériterait d'être complété à différents points de vue.

D'un point de vue théorique, nous avons défini un certain nombre de règles qui permettent d'estimer les propriétés hydrodynamiques réelles des pellicules à partir des cinétiques d'imbibition d'un support pelliculé. Ces règles ont été définies dans un cadre d'hypothèses très strict et ont été testées par des simulations numériques pour les transferts d'eau en phase liquide. Nous avons ainsi pu préciser le domaine de validité de ces règles. Ce travail mériterait d'être réalisé de la même façon pour les transferts d'eau en phase gazeuse et pour des systèmes où support et pellicules présentent des propriétés hydriques quelconques.

Par ailleurs, il paraît nécessaire de définir des besoins de précision sur les valeurs estimées des propriétés hydrodynamiques des pellicules au vu de leur conséquences sur la prévision de l'imbibition des semences.

D'un point de vue expérimental, il paraît important de se rapprocher des conditions d'imbibition proches de celles existant dans un sol. Il s'agit d'étudier plus particulièrement l'effet des pellicules sur l'importance des surfaces d'imbibition en phase liquide développées au détriment ou à l'avantage de celles en phase gazeuse. Pour un même état du sol, la prévision de la cinétique d'imbibition d'une semence pelliculée nécessite de déterminer le rôle spécifique de la pellicule sur la définition des conditions d'imbibition aux limites de la semence.

Enfin, les différents résultats présentés laissent entrevoir la possibilité de construire une typologie des pellicules. Ainsi, à partir de critères comme la forme des réseaux de fissuration, la mouillabilité et la résistivité des pellicules, on pourrait distinguer des pellicules à effet négatif, nul ou positif sur l'imbibition. L'étude de la stabilité structurale et de la mouillabilité ne posent pas de problèmes particuliers. L'évaluation de la résistivité des pellicules pourrait se faire à partir de l'analyse des cinétiques d'imbibition de billes de silice, qui donnent des résultats très précis et permettent de réaliser des gains de temps importants.

A plus long terme, plusieurs domaines de recherche pourraient être explorés.

Sur le plan théorique, il paraît nécessaire d'inclure l'influence de la mouillabilité des pellicules dans les modèles d'imbibition. A l'heure actuelle, les effets de mouillabilité sont mal compris et sont susceptibles de limiter l'analyse mécaniste de l'effet des pellicules s'ils deviennent prépondérants par rapport à des effets de résistance.

Il serait également utile de pouvoir réaliser un couplage réaliste des transferts d'eau en phases liquide et gazeuse. Ce couplage peut passer par la compréhension des écarts observés entre les vitesses d'imbibition dans ces deux phases. On pourrait donc vérifier que les transferts d'eau dans l'air entourant la semence ne sont pas limitants, étudier les interactions entre imbibition et mouillabilité des téguments (qui sont hydrophobes) ou enfin envisager qu'il n'y ait pas d'équilibre thermodynamique entre les phases d'eau liquide et gazeuse au sein de la semence.

Sur le plan expérimental, il est nécessaire d'envisager la prévision de l'effet des pellicules sur l'imbibition et la germination au champ. Ce changement d'échelle nécessite la prise en compte d'un certain nombre de sources de variabilités supplémentaires pour la prévision de l'imbibition des semences (qualité du contact terre-semence et humidités et températures du lit de semis de semence associées à l'irrégularité des profondeurs de semis). Il suppose d'autre part que l'influence des pellicules sur la part des surfaces d'imbibition en phases liquide et gazeuse soit connue. La prévision de la germination nécessite par ailleurs de quantifier l'effet des pellicules sur les transferts de gaz respiratoires dans une gamme plus étendue de conditions expérimentales et de préciser les relations entre imbibition, respiration et germination.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- Abi-Atmi C. (1991), "Germination, imbibition et respiration des semences pelliculées", Mémoire de fin d'étude, Ecole Nationale Supérieure Agronomique de Toulouse, 34 p.
- Abou C. (1993), "Les semences en voient de toutes les couleurs", *Biofutur*- Novembre 93, 49-53.
- Al-Ani A., Bruzau F., Raymond P., Saint-Ges V., Leblanc J. M. and Pradet A. (1985), "Germination, respiration, and adenylate energy charge of seeds at various oxygen partial pressures", *Plant Physiol.*, 79:885-890.
- Baxter L. and L. Waters Jr. (1983), "Field and laboratory of sweet corn and landscape architecture", *Acta Hort.*, Timing of Field 31-35.
- Baxter L. and L. Waters Jr (1986a), "Effect of a hydrophilic polymer seed coating on the field performance of sweet corn and cowpea", *J. Amer. Hort. Sci.* 111(1):31-34.
- Baxter L. and L. Waters Jr. (1986b), "Effect of a hydrophilic polymer seed coating on the imbibition, respiration, and germination of sweet corn at four matrix potentials", *J. Amer Hort. Sci.* 111(4):517-520.
- Becker H. A. (1959), "A study of diffusion in solids of arbitrary shape, with application to the drying of the wheat kernel", *J. Appl. Polymer Sci.* 1(2):212-226.
- Becker H. A. (1960), "On the absorption of liquid water by the wheat kernel", *Cereal chem.* 37:309-323.
- Bewley J. D. and M. Black (1978), "Physiology and biochemistry of seeds in relation to germination", *Vol. 1, Springer-Berlin.*
- Biquet B. and T. P. Labuza (1988), "Evaluation of the moisture permeability characteristics of chocolate films as an edible moisture barrier", *J. Food Sci.* 53(4)989-998.
- Blacklow W. M. (1972), "Mathematical description of the influence of temperature and seed quality imbibition by seeds of corn (*Zea mays* L.)", *Crop Sci.* 12:643-646.
- Bourdu R. and A. Bousser (1990), "Structures et infrastructures du maïs au cours de la germination", *Communication au colloque La vie du maïs-Physiologie du maïs-Application à la production- INRA, AGPM et Université Paris-Sud.*
- Brocklehurst P. A. and J. Dearman (1983), "Effects of calcium peroxide as a supplier of oxygen for seed germination and seedling emergence in carrot and onion", *Seed Sci. Technol.*, 11:293-299.
- Bruckler L. and A. Bouaziz (1991), "La germination des semences en conditions sèches", *Sècheresse* 2:239-249.

Bruckler L. (1983), "Rôle des propriétés physiques du lit de semences sur l'imbibition et la germination. I. Elaboration d'un modèle du système 'terre-graine'", *Agronomie* 3(3):213-222.

Bruckler L. (1983), "Rôle des propriétés physiques du lit de semences sur l'imbibition et la germination. II. Contrôle expérimental d'un modèle d'imbibition des semences et possibilités d'applications", *Agronomie* 3(3) 223-232.

Calero E., S. H. West and K. Hinson (1981), "Water absorption of soybeans seeds and associated causal factors", *Crop Sci.* 21:926-933.

Collis-George N. and J. E. Sands (1962), "Comparison of the effects of the physical and chemical components of soil water energy on seed germination", *Aust. J. Soil Res.* 13:575-585.

Collis-George N. and J. B. Hector (1966), "Germination of seeds as influenced by matric potential and by area of contact between seed and soil water", *Aust. J. Soil Res.* 4:145-164.

Côme D. (1962), "Etude expérimentale de la diffusion de l'oxygène et du gaz carbonique à travers les enveloppes séminales", *J. Rech. CNRS* 59:187-194.

Côme D. (1962), "Comment l'oxygène nécessaire à la germination des graines parvient-il à l'embryon?", *Rev. Gén. Bot.* 563-573.

Côme D. (1970), "Les obstacles à la germination", *Masson*, Paris.

Dadlani M., V. V. Shenoy, and D. V. Seshu (1992), "Seed coating to improve stand establishment in rice", *Seed Sci. and Techno.* 20:307-313.

Dasberg S., H. Enoch and D. Hillel (1966), "Effect of oxygen and carbon dioxide concentration on the germination of range grasses", *Agron. J.* 58:206:208.

Debeaufort F., M. Martin-Polo and A. Voilley (1993), "Polarity homogeneity and structure affect water vapor permeability of model edible films", *J. Food Sci.* 58(2):426-434.

Dewez J. (1964), "Water uptake and heat evolution by germinating cotton seed", *Plant Physiol.*, 240-244.

Dupuis J. M., C. Roffat, R. T. DeRose and F. Molle (1994), "Pharmaceutical capsules as a coating system for artificial seeds", *Bio/Technologie* 12:385-389.

Edwards C. J. and E. E. Hartwig (1971), "Effect of seed size upon rate of germination in soybeans", *Agron. J.* 63:429-430.

Fernandez M. M. (1990), "Etude de l'influence des traitements de pelliculage sur les transferts d'eau et d'oxygène du sol vers les semences", Mémoire de fin d'étude, Ecole Nationale Supérieure Agronomique de Toulouse, 35 p.

Fies J.C. (1984), "Analyse de la répartition du volume des pores dans les assemblages argile-squelettes : comparaison entre un modèle d'espace poral textural et les données fournies par la porosimétrie au mercure", *Agronomie*, 4(9):891-899

- Frem J. (1992), "Effet des pelliculages sur les transferts hydriques et conséquences sur la germination des semences de maïs. Modélisation de l'imbibition". Mémoire de fin d'études, Ecole Nationale Supérieure Agronomique de Montpellier, 44 p.
- Gingrich J. R. and M. B. Russel (1956), "Effect of soil moisture tension and oxygen concentration on the growth of corn roots", *Agron. J.* 48:517-520.
- Grable A. R. and R. E. Danielson (1965), "Effect of carbon dioxide, oxygen, and soil moisture suction on germination of corn and soybeans", *Soil Sci. Soc. Proc.* 12-18.
- Greener I. K. and O. Fennema (1989a), "Barrier properties and surface characteristics of edible bilayer films", *J. Food Sci.* 54(6):1393-1399.
- Greener I. K. and O. Fennema (1989b), "Evaluation of edible, bilayer films for use as moisture barrier for food", *J. Food Sci.* 54(6):1400-1406.
- Hadas A. (1969), "Effects of soil moisture stress on seed germination", *Agron. J.*, 61:325-327.
- Hadas A. (1970), "Factors affecting seed germination under soil moisture stress", *Israel J. Agric. Res.* 20(1):3-14.
- Hadas A. and D. Russo (1974a), "Water uptake by seeds as affected by water stress, capillary conductivity, and seed-soil water contact. I. Experimental Study", *Agron. J.* 66:643-647.
- Hadas A. and D. Russo (1974b), "Water uptake by seeds as affected by water stress, capillary conductivity, and seed-soil water contact. II. Analysis of experimental data", *Agron. J.* 66:647-652.
- Hagenmaier R. D. and P. E. Shaw (1990), "Moisture permeability of edible films made with fatty acid and (Hydroxypropyl)methylcellulose", *J. Agric. Food Chem.* 38:1799-1803.
- Hageseth G. T. and A. L. Cody (1993), "Energy-level model for isothermal seed germination", *J. Exp. Bot.*, 44(258):119-125.
- Hassan Z. A., S. D. Young, C. Hepburn and R. Arizal (1990), "An evaluation of urea-rubber matrices as slow-release fertilizers", *Fert. Res.* 22:63-70.
- Henderson J. C. and L. Hensley (1987), "Effect of a hydrophilic gel on seed germination of three tree species", *HortScience* 22(3):450-452.
- Hendrickx M., C. Engels, and P. Tobback (1986), "Transmission line modelling (TLM) of water diffusion in white rice", *J. Food Eng.* 5:269-285.
- Hendrickx M., C. Lauwerens, and P. Tobback (1988), "Moisture diffusivities for bran and endosperm during soaking of long-rain brown rice", *Int. J. Food Sci. Tec.* 23:385-390.
- Hunter J. R. and A. E. Erickson (1952), "Relation of seed germination to soil moisture tension", *Agron. J.* 44:107-109.
- Hwang W. D. and J. M. Sung (1991), "Prevention of soaking injury in edible soybean seeds by ethylcellulose coating", *Seed Sci. and Technol.* 19:269-278.

- Kamper S. L. and O. Fennema (1984a), "Water vapor permeability of edible bilayers films", *J. Food Sci.* 49:1478-1481.
- Kamper S. L. and O. Fennema (1984b), "Water vapor permeability of an edible, fatty acid, bilayer film", *J. Food Sci.* 49:1482-1485.
- Kamper S. L. and O. Fennema (1985), "Use of an edible film to maintain water vapor gradients in foods", *J. Food Sci.* 50:382-384.
- Keller W. and A. T. Bleak (1970), "Factors influencing water absorption by seeds of the crested wheatgrass complex", *Crop Sci.* 210:422-425.
- Kester J. J. and O. Fennema (1989), "An edible film of lipids and cellulose ethers: barrier properties to moisture vapor transmission and structural evaluation", *J. Food Sci.* 54(6):1383-1389.
- Khan A. A. and A. G. Taylor (1986), "Polyethylene glycol incorporation in table beet seed pellets to improve emergence and yield in wet soil", *HortScience* 21(4):987-989.
- Kirkpatrick, S., 1973, Percolation and conduction. *Rev. Mod. Phys.* 45(4):574-588
- Kitto S. L. and J. Janick (1985), "A citrus embryo assay to screen water-soluble resins as synthetic seed coats", *HortScience* 20(1):98-100.
- Klein J. D. and M. Sachs (1992), "Measurement of water uptake and volatile production by coated wheat seeds and subsequent seedling growth", *Seed Sci. and Technol.* 20:299-305.
- Krochta J. M., K. T. Look and L. G. Wong (1981), "Modification of corn wet-milling steeping conditions to reduce energy consumption", *J. Food Proc. Preserv.*, 5:39-47.
- Laguna O., L. Thanh Thuy, D. Duchene, and Seiller (1975), "L'enrobage par films: filmogènes et plastifiants", *R. Sci. Techn. Pharm.* 4(2)91-99.
- Leaver J.P and Roberts E. H. (1984), "Peroxides in seed coatings", *Outlook on Agriculture*, 13(3):147-153.
- Lindstrom M. J., R. I. Papendick, and F. E. Koehler (1976), "A model to predict winter wheat emergence as affected by soil temperature, water potential, and depth of planting", *Agron. J.* 68:137-141.
- Manohar M. S. and W. Heydecker (1964), "Effects of water potential on germination of pea seeds", *Nature* 202:22-24.
- Martin-Polo M., C. Mauguin and A. Voilley (1992a), "Hydrophobic films and their efficiency against moisture transfer. 1. Influence of the film preparation technique", *J. Agric. Food Chem.* 40:407-412.
- Martin-Polo M., A. Voilley, G. Blond, B. Colas, M. Mesnier and N. Floquet (1992b), "Hydrophobic films and their efficiency against moisture transfer. 2. Influence of the physical state", *J. Agric. Food Chem.* 40:413-418.

Mc Donald Jr M. B., Vertucci C. W., and E. E. Roos (1988), "Seed Coat regulation of soybean imbibition", *Crop Sci.* 28:988-992.

Mc Donald Jr. M. B., C. W. Vertucci, and E. E. Roos (1988), "Soybean seed imbibition water absorption by seed parts", *Crop Sci.* 28:993-997.

Mc Gowan A. A. and W. A. Williams (1971), "Seed treatments to delay barley emergence", *Agron. J.* 63:633-635.

Mayer A. M. and Poljakoff-Mayber A. (1975), "The germination of seed", *Pergamon Press, Oxford, New-York, Toronto, Sydney, Paris, Braunschweig.*

Mazliak P. *Physiologie végétale II. Croissance et développement. Herman édit., Paris.*

Millier W. F. and Bensin R. F. (1974), "Tailoring pelleted seed coatings to soil moisture conditions", *New York's Food and Life Sciences* 7(1):20-23.

Muchena S. C. and C. O. Grogan (1977), "Effects of seed size on germination of corn (zea mays) under simulated water stress conditions", *Can. J. Plant Sci.*: 921-923.

Murphy J. B. and T. L. Noland (1982), "Temperature effects on seed imbibition and leakage mediated by viscosity and membranes", *Plant. Physiol.* 69:428-431.

Obendorf R. L. and P. R. Hobbs (1970), "Effect of seed moisture on temperature sensitivity during imbibition of soybean", *Crop Science* 10:563-566.

Phillips R. E. (1968), "Water diffusivity of germinating soybean, corn, and cotton seed", *Agron. J.* 60:568-571.

Phillips J. C. and V. E. Youngman (1971), "Effect of initial seed moisture content on emergence and yield of grain sorghum", *Crop Sci.* 11:254-357.

Pollock B. M. (1969), "Imbibition temperature sensitivity of lima bean seeds controlled by initial seed moisture", *Plant Physiol.*, 44:907-911.

Powell A. A. and S. Mathews (1982), "Seed treatments: development and prospects", *Outlook on Agriculture*, 17:93-103.

Renault P. (1988), "Theoretical studies of mercury intrusion in some networks: testing the applicability of mercury intrusion in the size characterisation of the lacunar pore space of soil samples", *Transport in Porous Media*, 3:529-547.

Richard G. and J. Guérif (1988a), "Modélisation des transferts gazeux dans le lit de semence: application au diagnostic des conditions d'hypoxie des semences de betterave sucrière (*Beta vulgaris* L.) pendant la germination. I. Présentation du modèle, *Agronomie* 8(6) 539-547.

Richard G. and J. Guérif (1988b), "Modélisation des transferts gazeux dans le lit de semence: application au diagnostic des conditions d'hypoxie des semences de betterave sucrière (*Beta vulgaris* L.) pendant la germination. II. Résultats des simulations, *Agronomie* 8(7):639-646.

Rietveld W. J. (1976), "Hydrophilic polymer reduces germination of ponderosa pines in seed spots", *Tree Planter's Note* 18-21.

Ruan R., B. Litchfield and S. R. Eckhoff (1992), " Simultaneous and non destructive measurement of transient moisture profiles and structural changes in corn kernels during steeping using microscopic nuclear magnetic resonance imaging", *Cereal Chem.* 69:600-606.

Sachs M., D. J. Cantliffe and T. A. Nell (1981), "Germination studies of clay-coated sweet pepper seeds", *J. Amer. Hort. Sci.* 106(3):385-389.

Schiffers B. and J. Fraselle (1988), "Le point sur les techniques de traitement des semences", *Annales de Gembloux* 94:305-315.

Schönherr J. (1976), "Water permeability of isolated cuticular membranes: the effect of pH and cations on diffusion, hydrodynamic permeability and size of polar pores in the cutin matrix", *Planta (Berl.)* 128:113-126.

Scott J. M., R. S. Jessop, R. J. Steer and G. D. Mc Lachlan (1987), "Effects of nutrient seed coating on the emergence of wheat and oats", *Fert. Res.* 14:205-217.

Sedgley R. H. (1963), "The importance of liquid-seed contact during the germination of *Medicago tribuloides* Desr.", *Aust. J. Agric. Res.* 14:646-653.

Sefa-Dedeh S. and D. W. Stanley (1979), "The relationship of microstructure of cowpeas to water absorption and dehulling properties" *Cereal Chem.* 56(4):379-386.

Shaykewitch C. F. and J. Williams (1971), "Resistance to water absorption in germinating rapeseed (*Brassica napus* L.)", *J. Exp. Bot.* 22(70):19-24.

Siegel S. M. and L. A. Rosen (1962), "Effects of reduced oxygen tension on germination and seedling growth", *Physiol. Plant.*, 15:437-444.

Simon E. W. (1984), "Early events in germination", in "Seed Physiology", *Murray(ed.)*

Song H. and J. B. Lichfield (1990), "Three-dimensional microscopic MRI of corns kernels during drying", *International Winter Meeting, American Society of Agricultural Engineers*, Paper N° 9065°8.

Sopade P. A., E. S. Ajisergiri, and M. H. Badau (1992), "The use of Peleg's equation to model water absorption in some cereals grains during soaking", *J. Food Eng.* 15:269-283.

Stanley R. G. (1958), "Gross respiratory and water uptake patterns in germinating sugar pine seed", *Physiol. Plant.* 11:503-515.

Tissaoui T. (1970), "Importance relative de la température, de l'oxygène et de la position des embryons de Pommier (*Pinus malus* L.) dans la germination et l'induction d'une dormance secondaire", *Compte-rendu de l'Académie des Sciences de Paris*, 271:308-310.

Tonkin J. H. B. (1984), "Pelleting and other presowing treatments", *Advanced in Research and technology of seeds*, 4:94-127

Touma J., G. Vachaud, J. -Y. Parlange (1984), "Air and water flow in a sealed, ponded vertical soil column: experiment and model", *Soil Science* 137(3):181-187

Tully R. E., M. E. Musgrave and A. C. Leopold (1981), "The seed coat as a control of imbibitional chilling injury", *Crop Sci.* 21:312-317.

Unger W. and R. E. Danielson (1965), "Influence of oxygen and carbon dioxide on germination and seedling development of corn (*Zea mays* L.)", *Agron. J.* 57:56-58.

Vertucci C. W. and C. Leopold (1983), "Dynamics of imbibition by soybean embryos", *Plant Physiol.* 72:190-193.

Vertucci C. W. and Leopold A. C. (1985), *Membranes, metabolism, and dry organisms*, A. C. Leopold Editor.

Vertucci C. W. (1989), "The effects of low water contents on physiological activities of seeds", *Physiol. Plant.* 77:172-176.

Vertucci C. W. and E. E. Roos (1990), "Theoretical basis of protocols for seed storage", *Plant Physiol.* 94:1019-1023.

Waggoner P. E., and J. Y. Parlange (1976), "Water uptake and water diffusivity of seeds", *Plant Physiol.* 57:153-156.

West S. H., S. K. Loftin, M. Wahl, C. D. Batich and C. L. Beatty (1985), "Polymers as moisture barriers to maintain seed quality", *Crop Sci.* 25:941-944.

Williams J. and C. F. Shaykewich (1971), "Influence of soil water matric potential and hydraulic conductivity on the germination and rape (*Brassica napus* L.)", *J. Exp. Bot.* 22(72):586-597.

Wolf M. J., C. L. Buzan, M. M. Mc Masters and C. E. Rist (1952), "Structure of the mature corn kernel. I. Gross anatomy and structural relationships", *Cereal Chem.* 29(5):321-333.

Wolk W. D., P. F. Dillon, L. F. Copeland, and D. R. Dilley (1989), "Dynamics of imbibition in *Phaseolus vulgaris* L. in relation to initial seed moisture content", *Plant Physiol.* 89:805-810.

Woodstock L. W. and K. L. James Tao (1981), "Prevention of imbibitional injury in low vigor soybean embryonic axes by osmotic control of water uptake", *Physiol. Plant.* 51:133-139.

Yaklich R. W., E. L. Vigil, and W. P. Wergin (1986), "Pore development and seed coat permeability in soybean", *Crop Sci.* 26:616-624.

Yentur S. and A. C. Leopold (1976), "Respiratory transition during seed germination", *Plant Physiol.*, 57:274-276.

Zhang T. Y., A. S. Bakshi, R. J. Gustafson and D. B. Lund (1984), "Finite element analysis of nonlinear water diffusion during rice soaking", *J. Food Sci.*, 49:246-250.

ANNEXE 1

Comparaison des modèles RDH et CPF dans le cas de systèmes support-pellicule présentant des propriétés hydrodynamiques similaires.

Cas des transferts d'eau en phase gazeuse

L'objectif de cette annexe est d'établir des comparaisons entre la résistivité aux transferts d'eau en phase gazeuse d'une pellicule (D_{RDH}) et sa représentation simplifiée par le modèle CPF (D_{CPF}).

En coordonnées sphériques, le flux d'eau radial passant en un point du système support-pellicule est décrit par la loi de Fick :

$$q_g = -D_{RDH}(\omega) \frac{\partial C}{\partial r} \quad (1)$$

où q_g est le flux d'eau assimilé à un flux en phase vapeur ($\text{mol.m}^{-2}.\text{s}^{-1}$), C la concentration de vapeur d'eau (mol.m^{-3}), r la distance au centre de la sphère (m) et $D_{RDH}(\omega)$ le coefficient de diffusion ($\text{m}^2.\text{s}^{-1}$) dépendant de la teneur en eau pondérale ω .

D'après la loi de Kelvin, il existe une relation de proportionnalité entre le potentiel ψ de l'eau (Pa) et l'humidité relative au même point :

$$\psi = \alpha \ln\left(\frac{C}{C_0}\right) \quad (2)$$

où C_0 est la concentration saturante en vapeur d'eau (mol.m^{-3}).

De cette relation, nous déduisons l'équation suivante :

$$\frac{\partial \psi}{\partial C} = \frac{\alpha}{C} \Rightarrow \frac{\partial C}{\partial \psi} = \frac{C}{\alpha} = \frac{C_0}{\alpha} \exp\left(\frac{\psi}{\alpha}\right) \quad (3)$$

Cette relation nous permet d'exprimer le flux q_g en fonction d'un gradient de potentiel :

$$q_g = -D_{RDH}(\omega) \left[\frac{C_0}{\alpha} \right] \exp\left(\frac{\psi}{\alpha}\right) \frac{\partial \psi}{\partial r} \quad (4)$$

Comme nous l'avons fait dans l'ensemble de ce travail, nous admettons que les relations entre D_{RDH} , ψ et ω peuvent s'écrire de la manière suivante :

$$D_{RDH}(\omega) = a \cdot \exp(b \cdot \omega) \quad (5.a)$$

$$\psi(\omega) = -c \cdot \exp(-d \cdot \omega) \quad (5.b)$$

où a, b, c et d sont des constantes spécifiques à chaque milieu étudié.

A partir des équations (5.a) et (5.b), nous pouvons exprimer le flux q_g en fonction de la teneur en eau pondérale ω .

$$q_g = -acd \left[\frac{C_0}{\alpha} \right] \exp(b \cdot \omega) \exp\left(-\frac{c}{\alpha} \exp(-d \cdot \omega)\right) \exp(-d \cdot \omega) \frac{\partial \omega}{\partial r} \quad (6)$$

Nous admettons, qu'à une date quelconque, le flux est constant en tout point de la pellicule. En particulier, il ne dépend pas de la position r pour r compris entre R , rayon du support (m), et $R+e$, e étant l'épaisseur de la pellicule. Le calcul du flux nécessitant alors l'intégration de l'équation (6) en ω et en r , nous la simplifions en proposant un développement limité au 2ème ordre pour la double exponentielle :

$$q_g \approx +acd \left[\frac{C_0}{\alpha} \right] \exp((b-d) \cdot \omega) \left\{ 1 - \frac{c}{\alpha} \exp(-d \cdot \omega) + \frac{c^2}{2\alpha^2} \exp(-2d \cdot \omega) \right\} \frac{\partial \omega}{\partial r} \quad (7)$$

En effet pour des humidités de semences, correspondant à des humidités relatives comprises entre 0,5 et 1, les écarts relatifs entre le flux exact calculé par 6 et le flux approximé par 7 varient entre 8 et 0 %.

Cette équation peut encore se mettre sous la forme suivante, aisément intégrable :

$$q_g \approx +acd \left[\frac{C_0}{\alpha} \right] \left\{ \begin{aligned} &\exp((b-d) \cdot \omega) \\ &- \frac{c}{\alpha} \exp((b-2d) \cdot \omega) \\ &+ \frac{c^2}{2\alpha^2} \exp((b-3d) \cdot \omega) \end{aligned} \right\} \frac{\partial \omega}{\partial r} \quad (8)$$

Comme pour la phase liquide, après intégration et en négligeant les termes relatifs à l'humidité à l'interface pellicule-milieu extérieur, nous arrivons à l'expression suivante pour le flux q_g :

$$q_g \approx + \frac{acd}{e} \cdot \left[\frac{C_0}{\alpha} \right] \left\{ \frac{1}{b-d} \cdot \exp((b-d) \cdot \omega_R) - \frac{c}{\alpha \cdot (b-2d)} \cdot \exp((b-2d) \cdot \omega_R) + \frac{c^2}{2\alpha^2 \cdot (b-3d)} \exp((b-3d) \cdot \omega_R) \right\} \quad (9)$$

Ce flux peut être mis sous la forme d'un produit faisant intervenir un terme très proche de l'expression proposée pour les flux en phase liquide et d'un terme dépendant de l'humidité pondérale ω :

$$q_g \approx - \frac{acd}{e(b-d)} \left[\frac{C_0}{\alpha} \right] \exp((b-d) \cdot \omega_R) \times \left\{ 1 - \frac{c}{\alpha} \frac{b-d}{b-2d} \exp(-d \cdot \omega_R) + \frac{c^2}{2\alpha^2} \frac{b-d}{b-3d} \exp(-2d \cdot \omega_R) \right\} \quad (10)$$

Le calcul d'une résistance équivalente, utilisable par le modèle C.P.F. passe alors par le calcul de la différence de concentration entre le milieu extérieur à la pellicule (dans cette étude C_0) et la concentration à l'interface semence pellicule C_{sp} :

$$\Delta C = C_{sp} - C_0 \quad (11)$$

Comme précédemment, cette différence peut être exprimée à partir du potentiel à l'interface semence-pellicule Ψ_{sp} :

$$\Delta C = C_0 \left(\exp\left(\frac{\Psi_{sp}}{\alpha}\right) - 1 \right) \quad (11)$$

Le potentiel de l'eau pouvant être exprimé en fonction de la teneur en eau pondérale, cette différence de concentration en vapeur d'eau peut être exprimée en fonction de cette même teneur en eau et approximée, après un développement limité au 2^{ème} ordre, par l'équation suivante. La teneur en eau pouvant présenter une discontinuité à l'interface support-pellicule, nous définissons la teneur en eau w_{sp-p} à l'interface, côté pellicule :

$$\Delta C \approx C_0 \left(\left(1 - \frac{c}{\alpha} \exp(-d \cdot \omega_{sp-p}) + \frac{c^2}{2\alpha^2} \exp(-2d \cdot \omega_{sp-p}) \right) - 1 \right) \quad (12)$$

Le gradient de concentration peut être exprimé comme le produit d'un terme similaire à l'expression de la différence de potentiel utilisée pour décrire les transferts en phase liquide et d'un terme dépendant de la teneur en eau :

$$\Delta C \approx -c \cdot \left[\frac{C_0}{\alpha} \right] \exp(-d \cdot \omega_{sp-p}) \left(1 - \frac{c}{2\alpha} \exp(-d \cdot \omega_{sp-p}) \right) \quad (13)$$

La conductivité en phase gazeuse D_{CPF} peut alors s'exprimer par l'équation suivante :

$$D_{CPF} = -\frac{q_g}{\Delta C/e} = -\frac{a \cdot d}{(b-d)} \exp(b \cdot \omega_{sp-p}) \cdot f(\omega) \quad (14)$$

f est une fonction dépendant de la teneur en eau pondérale ω :

$$f(\omega) = \frac{1 - \frac{c}{\alpha} \frac{b-d}{b-2d} \exp(-d \cdot \omega_{sp-p}) + \frac{c^2}{2\alpha^2} \frac{b-d}{b-3d} \exp(-2d \cdot \omega_{sp-p})}{1 - \frac{c}{2\alpha} \exp(-d \cdot \omega_{sp-p})} \quad (15)$$

Cette fonction peut être exprimée en fonction de l'humidité relative h_r :

$$f(\omega) = \frac{1 + \frac{b-d}{b-2d} \ln(h_r) + \frac{b-d}{2(b-3d)} (\ln(h_r))^2}{1 + \frac{1}{2} \ln(h_r)} \quad (16)$$

avec :

$$h_r = \frac{C}{C_0} \quad (17)$$

Les variations de f en fonction de l'humidité moyenne du support ont été représentées sur la figure A.1. Cette fonction varie entre 1.3 et 1 au cours de l'imbibition. Malgré les biais importants que cette assimilation entraîne (figure A.1), on assimile f à une fonction de correction exponentielle telle que :

$$f(\omega) = a_c \cdot \exp(-b_c \cdot \omega) \quad (18)$$

La conductivité de la pellicule en phase gazeuse peut alors être approximée par l'équation suivante :

$$D_{CPF} = -a_c \cdot \frac{a \cdot d}{(b-d)} \exp((b-b_c) \cdot \omega_{sp-p}) \quad (19)$$

L'équation (19) met en évidence la dépendance des coefficients de D_{CPF} à l'égard des valeurs de a_c et b_c . Ces valeurs sont fonctions du domaine de variation de la fonction f . A priori, ils seront d'autant plus proches de 1 que l'humidité initiale de la pellicule est élevée et que la durée d'imbibition est longue. Ces résultats sont à rapprocher des résultats observés pour les ajustements de conductances sur les cinétiques d'imbibition de systèmes RDH en phase liquide.

Si l'on considère l'ensemble de la cinétique d'imbibition, les coefficients de la fonction $f(\omega)$ prennent les valeurs suivantes :

$$a_c = 1,36 \text{ et } b_c = 1,25,$$

Pratiquement, on peut donc penser que, dans nos conditions de simulations, les erreurs que l'on commet en négligeant la fonction $f(\omega)$ sont de l'ordre de 10% pour l'estimation du coefficient b_p et de 35% pour le coefficient a_p . Nous ferons donc l'approximation suivante :

$$D_{CPF} = -\frac{a \cdot d}{(b-d)} \exp(b \cdot \omega_{sp-p}) \quad (20)$$

Dans l'équation (20), D_{CPF} n'est pas exprimé en fonction de l'humidité pondérale de la pellicule à l'interface support-pellicule, mais en fonction de l'humidité moyenne du support. Dans le cas d'un milieu où la résistance de la pellicule au transfert est très importante au regard de celle du support, elle devient approximativement égale à l'humidité du support à l'interface support pellicule. Ainsi on a :

$$D_{CPF}(\omega_{sp-s}) = -\frac{a \cdot d}{(b-d)} \exp(b \cdot \omega_{sp-p}) \quad (21)$$

L'expression (20) est équivalente à l'expression proposée pour la conductivité aux transferts d'eau en phase liquide de la pellicule.

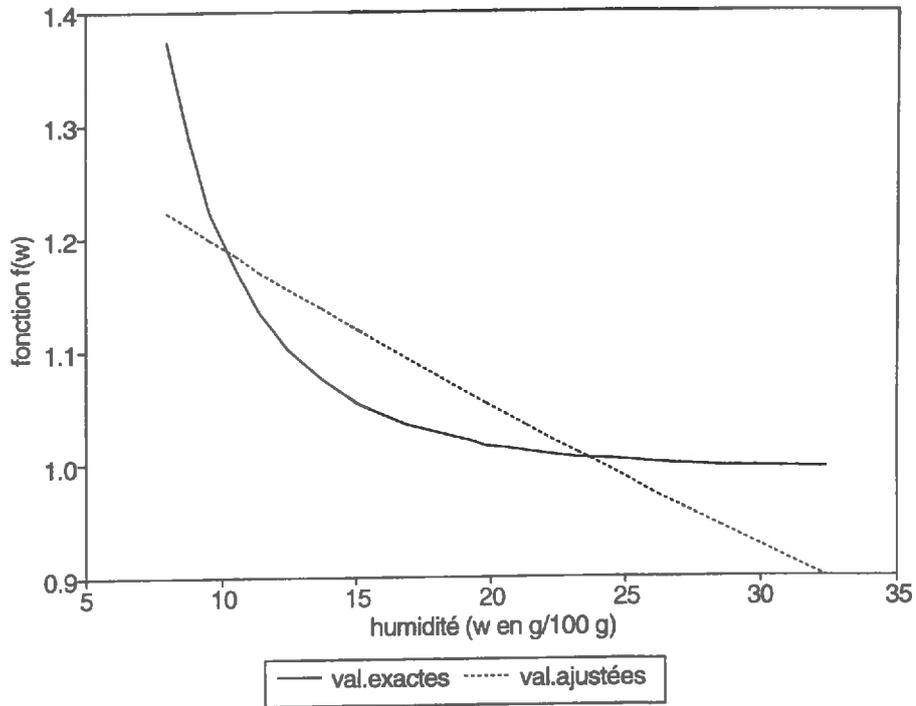


figure A. 1. Variations de la fonction de correction f en fonction de l'humidité de la pellicule à l'interface support-pellicule. La ligne continue représente les valeurs exactes de f (équation 16) et la ligne pointillée représente les valeurs simulées après ajustement d'une fonction exponentielle de type $f(\omega) = a_c \cdot \exp(b_c \cdot \omega)$.

ANNEXE 2

Cinétiques de germination de semences pelliculées dans différentes concentrations de l'atmosphère en O₂ et CO₂.

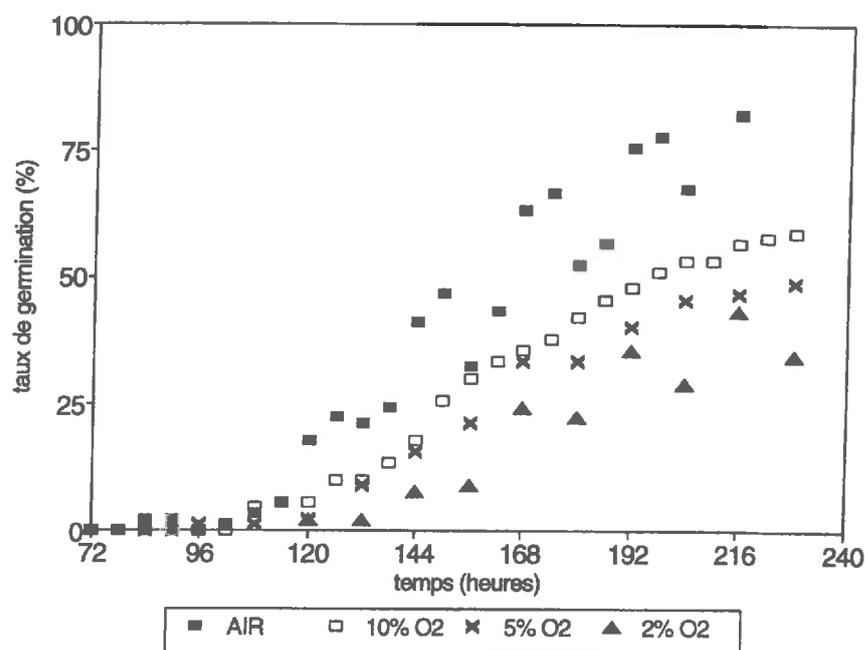


figure A2. 1 : Influence de la concentration de l'atmosphère en O₂ sur les cinétiques de germination de semences pelliculées : traitement A.

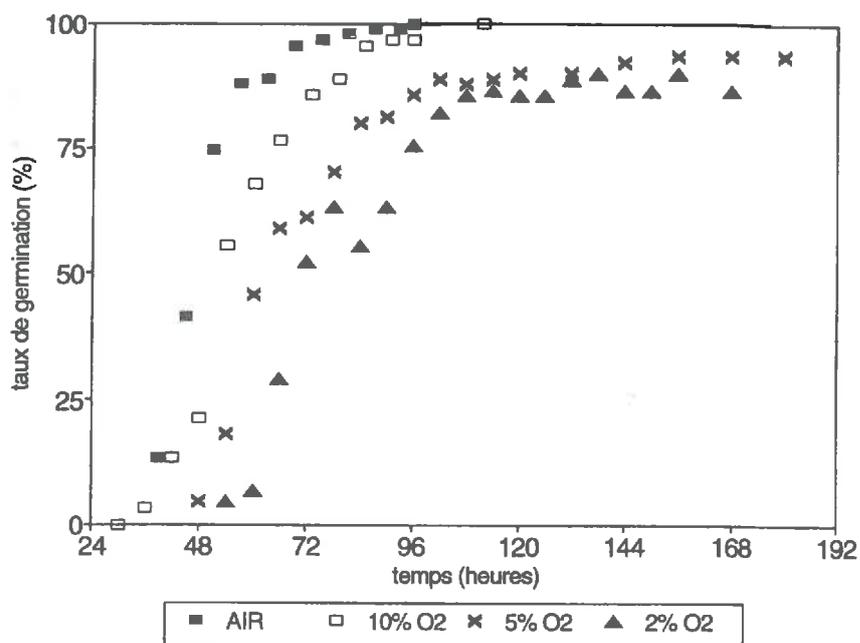


figure A2. 2 : Influence de la concentration de l'atmosphère en O₂ sur les cinétiques de germination de semences pelliculées : traitement B.

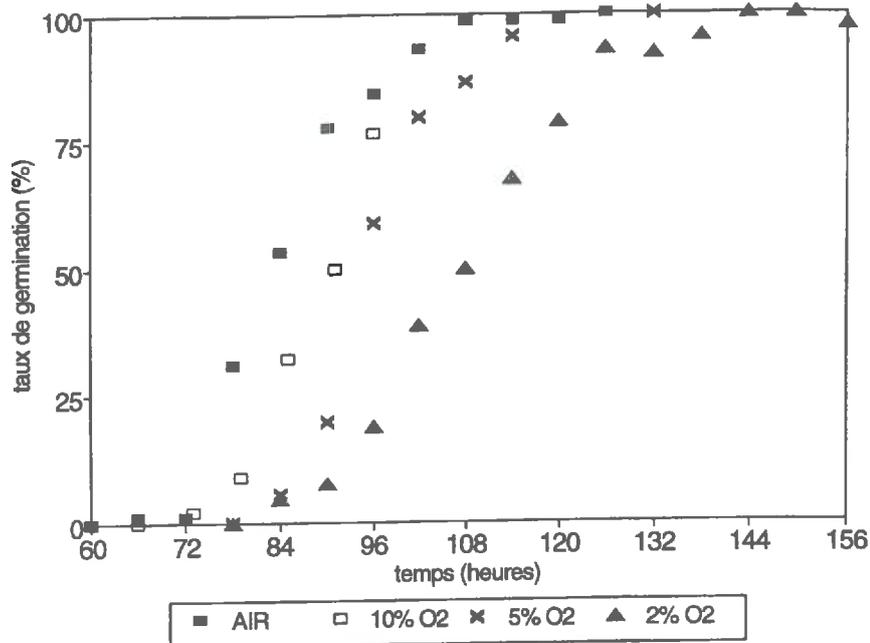


figure A2. 3 : Influence de la concentration de l'atmosphère en O_2 sur les cinétiques de germination de semences pelliculées : traitement C.

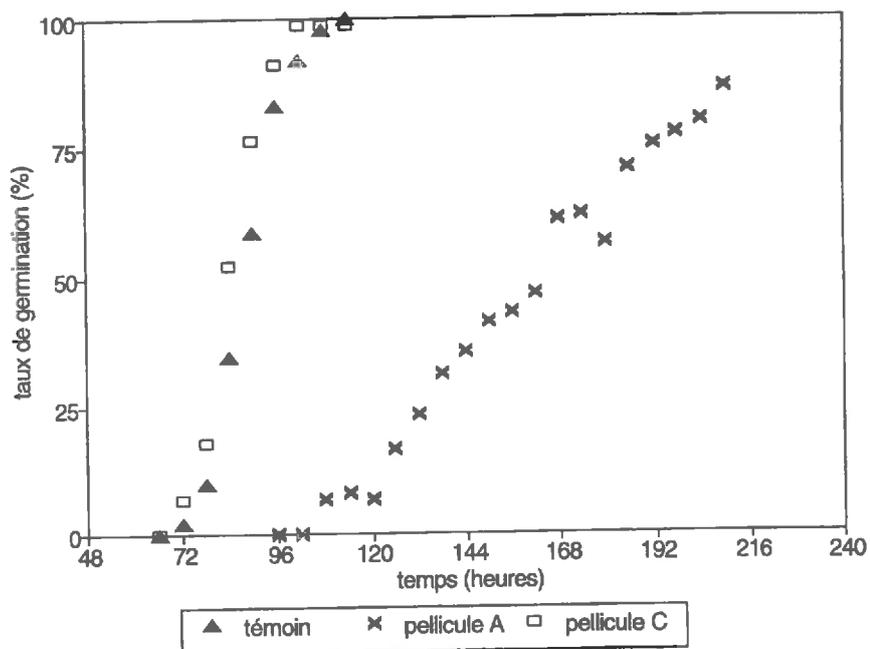


figure A2. 4 : Cinétiques de germination de semences traitées dans une atmosphère contenant 60% d' O_2 .

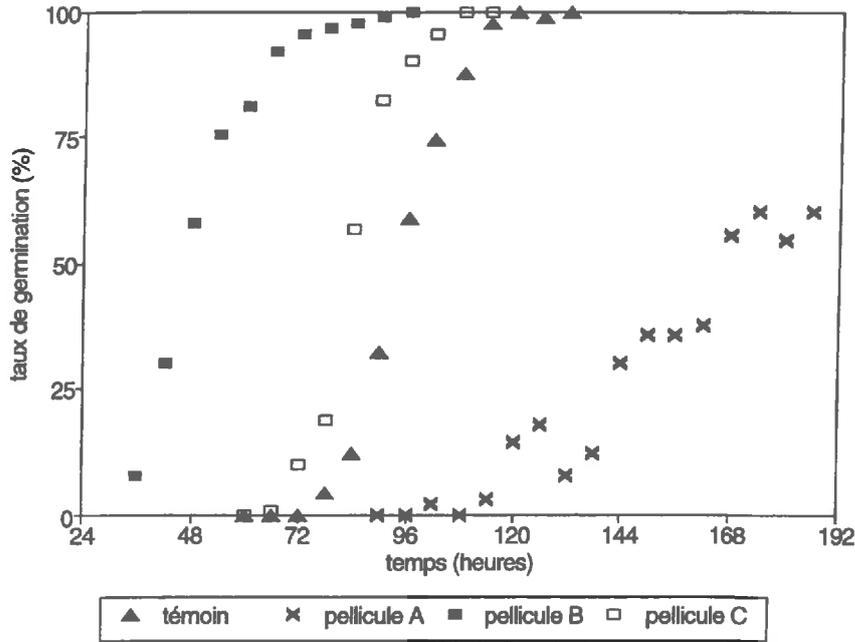


figure A2. 5 : Cinétiques de germination de semences traitées dans une atmosphère contenant 20% d'O₂ et 5% de CO₂.

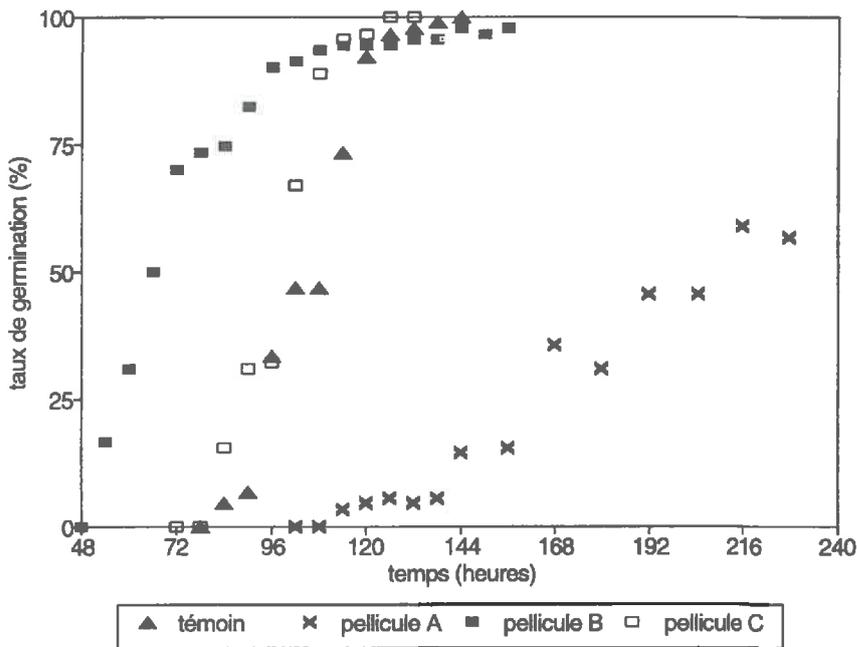


figure A2. 6 : Cinétiques de germination de semences traitées dans une atmosphère contenant 5% d'O₂ et 5% de CO₂.

ANNEXE 3

Ordre de grandeur de coefficients de diffusion de l'O₂ de pellicules Conséquences possibles sur la germination

Dans le cas de semences pelliculées, si la consommation d'O₂ liée à la respiration des semences n'est pas compensée par un afflux d'O₂ du milieu extérieur, il peut y avoir réduction de la [O₂] au niveau de l'interface semence-pellicule. Pratiquement, on peut admettre qu'à partir de 15% d'O₂ au niveau de cet interface, la germination des semences est ralentie. Les pellicules auront donc un effet négatif sur la germination si le flux d'O₂ traversant la pellicule est inférieur à la respiration des semences, soit si :

$$D \cdot \frac{\Delta[O_2]}{e} \cdot S \leq \text{Resp} \quad (1)$$

avec :

- D : coefficient de diffusion de l'O₂ de la pellicule (m²s⁻¹) ;
- $\Delta[O_2]$: gradient de [O₂] entre l'interface semence-pellicule et le milieu extérieur (5 %) ;
- e : épaisseur de pellicule (m) ;
- Resp : respiration de la semence (1,4 10⁻¹⁰ mol s⁻¹ /semence (estimation de Raymond, 1995)) ;
- S : surface de la semence (220 · 10⁻⁶ m²)

Dans le tableau 1 ci-après, nous avons porté quelques estimations des coefficients de diffusion susceptibles d'affecter la germination des semences. Ces coefficients sont calculés à partir de l'équation (1) pour différentes épaisseurs de pellicules.

épaisseur (μ)	D
5	1,5 10 ⁻¹²
20	6,2 10 ⁻¹²
50	1,5 10 ⁻¹¹
100	3,1 10 ⁻¹¹

tableau 1 : Coefficients de diffusion des pellicules susceptibles d'affecter la germination en limitant les transferts d'O₂. Ces coefficients sont fonction de l'épaisseur des pellicules.

L'analyse de la bibliographie (Kader *et al.* 1989 ; Renault, 1988) permet de proposer des ordres de grandeurs des coefficients de diffusion de l'O₂ pour différents milieux :

Pour des matériaux poreux saturés :

$$1,2 \cdot 10^{-13} \leq D_{O_2} \leq 1,2 \cdot 10^{-11}$$

Pour des milieux plastiques :

$$D_{O_2} \leq 8,7 \cdot 10^{-12}$$

Ces données montrent que pour des pellicules assimilables à des poreux saturés ou à des films plastiques, des écarts de concentration en O₂ entre l'atmosphère et l'interface semence-pellicule pourraient apparaître et dépasser 5% pour des épaisseurs de pellicules supérieures à environ 50 μm.

ANNEXE 4

Cinétiques d'imbibition de semences pelliculées

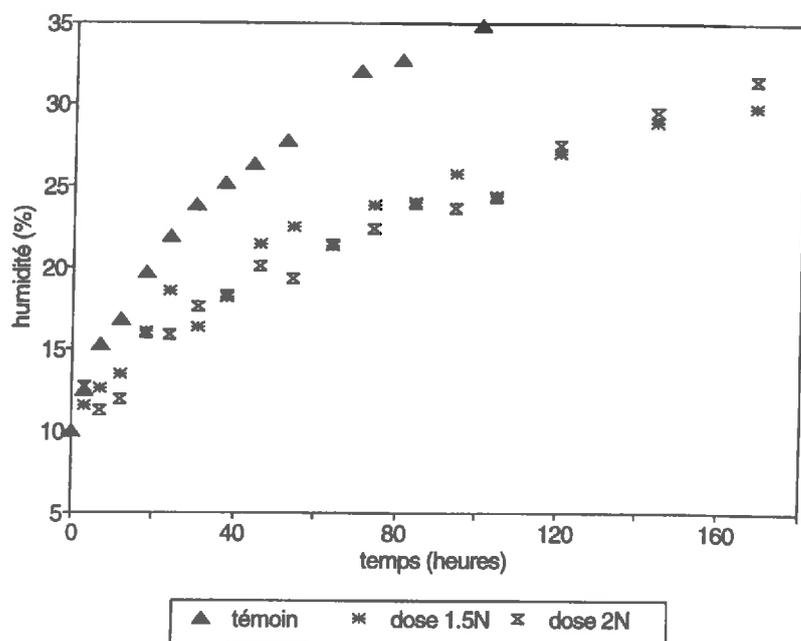


figure A4. 1 : Cinétiques d'imbibition en phase gazeuse (humidité relative : 100%) de semences de maïs non traitées (témoin) et traitées aux doses 1.5N et 2N de la pellicule A.

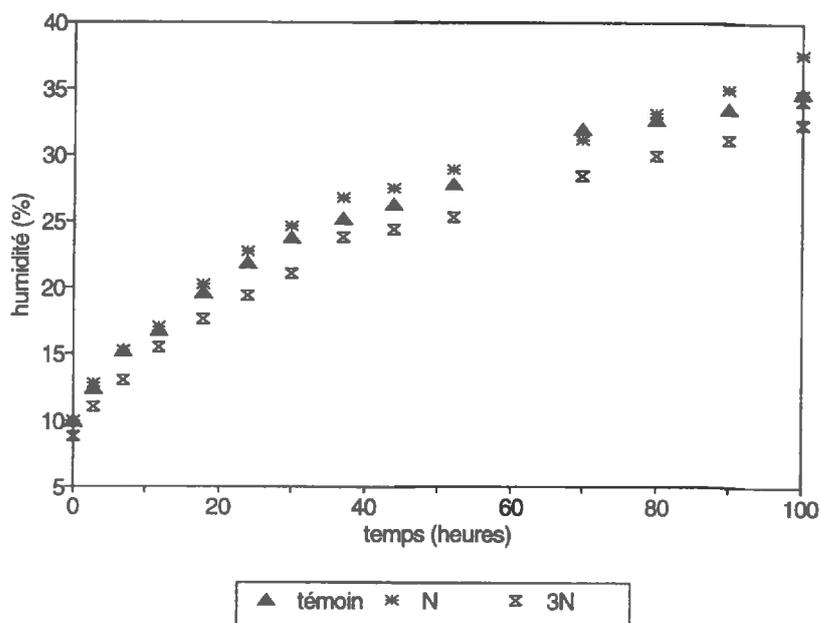


figure A4. 2 : Cinétiques d'imbibition en phase gazeuse (humidité relative : 100%) de semences de maïs non traitées (témoin) et traitées aux doses N et 3N de la pellicule B.

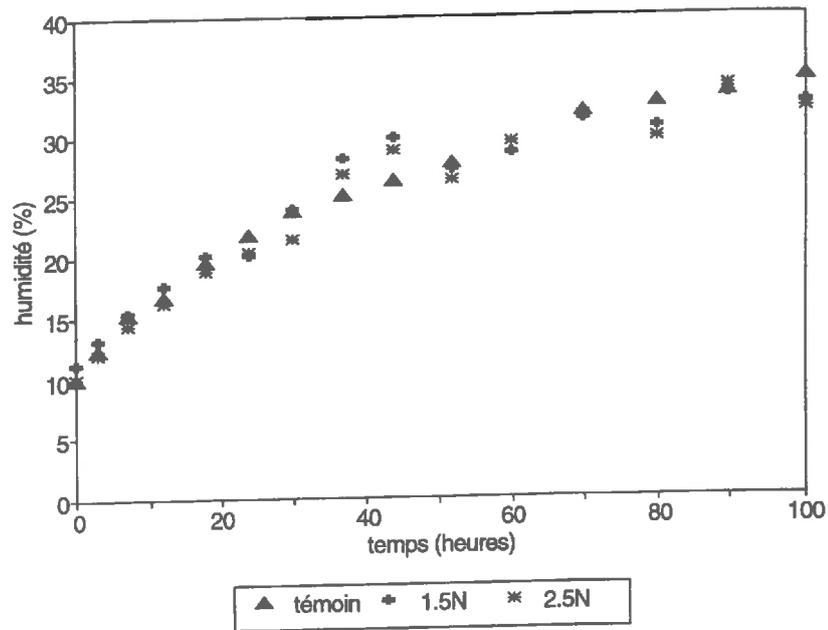


figure A4. 3 : Cinétiques d'imbibition en phase gazeuse (humidité relative : 100%) de semences de maïs non traitées (témoin) et traitées aux doses 1.5N et 2.5N de la pellicule C.

ANNEXE 5

Variabilité de l'humidité de semences de maïs non-traitées

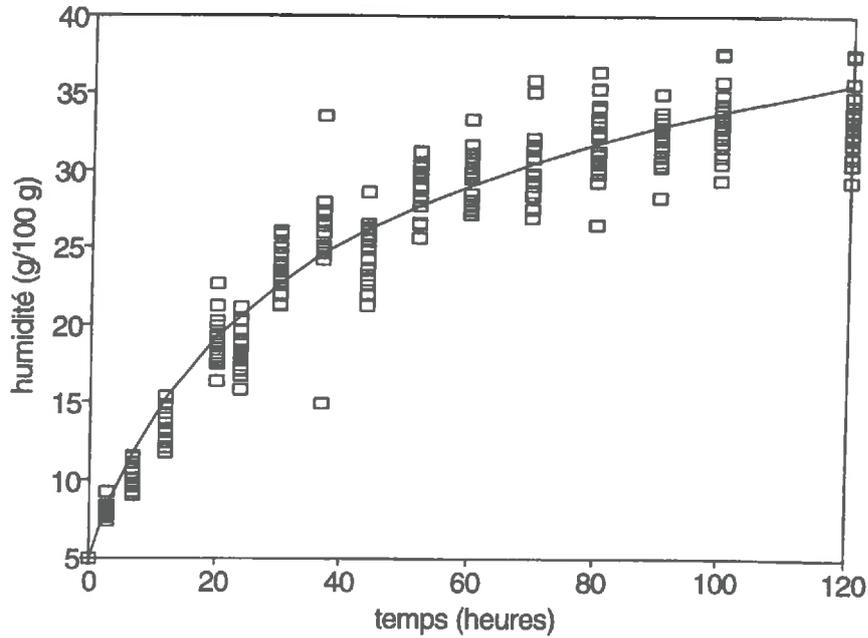


figure A5. 1 : Cinétiques d'imbibition en phase gazeuse (humidité relative : 100%) de semences de maïs non traitées. Chaque marque représente l'humidité d'une semence, la ligne représente l'humidité simulée par le modèle CPF après ajustement de paramètres sur la cinétique d'imbibition moyenne.