

Mass diffusity of wood determined by inverse method from electrical resistance measurement in unsteady state.

Adéyèmi Clément Kouchade

▶ To cite this version:

Adéyèmi Clément Kouchade. Mass diffusity of wood determined by inverse method from electrical resistance measurement in unsteady state.. Life Sciences [q-bio]. ENGREF (AgroParisTech), 2004. English. NNT: . pastel-00000888

HAL Id: pastel-00000888 https://pastel.hal.science/pastel-00000888

Submitted on 4 Nov 2004

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.



Ecole Nationale du Génie Rural des Eaux et des Forêts



Unité mixte INRA - ENGREF - UHP Nancy 1 (UMR n° 1093)

Thèse

Présentée Pour l'obtention du grade de

Docteur de l'ENGREF

Spécialité : Sciences forestières et du bois

Par

Adéyèmi Clément KOUCHADE

Détermination en routine de la diffusivité massique dans le

bois par méthode inverse à partir de la mesure électrique en

régime transitoire

Thèse soutenue publiquement le 23 septembre 2004 à l'Ecole Nationale du Génie Rural, des Eaux et des Forets, Centre de Nancy, devant le jury composé par Madame et Messieurs

Jean-Christophe BATSALE, Professeur, E.N.S.A.M. Talence Denis MAILLET, Professeur, E.N.S.E.M. Nancy

Patrick PERRE, Professeur, E.N.G.R.E.F. Nancy **Joëlle PASSARD,** Maître de Conférence, U.H.P. Nancy 1

André ZOULALIAN, Professeur, U.H.P. Nancy 1

Rapporteur Rapporteur

Directeur de thèse Codirecteur de thèse

Président

А

Albertine Egoudjobi et Patrice Kouchadé

Α

Joachim, Basilia, Pierrette, Janvier, Clarisse et Adèle

А

Edwige et Fidèle

А

Thérèse, Dirac et Vivien

А

Toutes mes familles, parentes, alliées et amis

Je dédie ce travail

Remerciements

Cette thèse a été entièrement réalisée au Laboratoire d'Etude et de Recherche sur le Matériau Bois (LERMaB), site de l'Ecole Nationale du Génie Rural, des Eaux et des Forêts (ENGREF) de Nancy. Ce travail a été l'œuvre d'une chaîne humaine dont chaque maillon a su apporter, en temps réel, sa part de graisse ou d'huile qui a ensuite imprimé et entretenu la dynamique de son heureux aboutissement.

A la tête de cette chaîne, se trouve un homme dont l'humanisme a facilité mon intégration dans une équipe de personnes intègres dont il avait l'honneur de diriger. Je veux citer le Professeur Patrick Perré à qui il a suffi moins de vingt heures de temps de contact pour me faire confiance et m'inviter à venir travailler avec lui. Il a donc dirigé cette thèse et l'a financé entièrement grâce à un contrat de recherche. Comme une locomotive, il m'a mis sur les rails et n'a cessé de me guider pendant les quatre années d'étude. Il a su, par son savoir-faire et son sens aigu de rigueur scientifique, renforcer en moi la passion de la recherche. Je lui exprime toute ma gratitude et je lui fais la «profession de foi » de rester dans le domaine de la recherche. Je lui demande de ne pas hésiter à me rappeler à l'ordre toutes les fois que je vais m'éloigner de cette ligne.

Joëlle Passard a accepté de codiriger cette thèse. Ses questions et ses explications m'ont illuminé et m'ont permis de m'approprier du thème développé dans ce travail. Grâce à elle, les idées contenues dans ce document ont été bien exprimées et bien disposées. Ses conseils, combien de fois instructifs, m'ont permis de garder les «pieds sur terre » dans les moments les plus difficiles où angoisse et perte de confiance en soi s'entremêlaient. Je lui dis tous mes remerciements les plus sincères et lui promets également de respecter mon engagement.

Les rapporteurs Jean-Christophe Batsale et Denis Maillet ont sacrifié leurs vacances pour décortiquer ce document et rédiger des rapports très constructifs qui ont été d'un grand apport pour l'examen de cette thèse. Leurs questions et critiques très pertinentes constituent un ensemble d'horizons à explorer pour l'amélioration de ce travail. Qu'ils trouvent ici l'expression de mes remerciements les plus sincères.

Le Professeur André Zoulalian a pu dégager, malgré ses occupations, une partie de son temps précieux pour présider mon jury de thèse. Je lui dis merci.

Le Professeur Cossi Norbert Awanou de l'Université National du Bénin a guidé mes premiers pas dans la recherche. Malheureusement cette thèse n'a pu être faite sous sa responsabilité. Je promets que je lui serai reconnaissant.

Le Professeur Jean Barral, ancien coopérant au Collège Polytechnique Universitaire de Cotonou a été la cheville ouvrière et au cœur des négociations qui ont permis de commencer ce travail. Je le remercie pour tout ce qu'il a fait pour moi.

Mes remerciements vont également à l'endroit du personnel du LERMaB dont les qualités humaines ont facilité mon intégration et mon insertion.

Quant à mes collègues thésards, j'ai beaucoup appris en travaillant avec vous. Vos conseils et soutiens m'ont été très précieux. Je tiens particulièrement à vous remercier tout en souhaitant que nos collaborations puissent aller au-delà de ces quatre années inoubliables que nous avons passé ensemble.

Mon grand frère Joachim Koutchadé a pris le relais de mes parents depuis ma classe de sixième tout en se «sacrifiant» pour répondre à toutes mes sollicitations. Je lui serai reconnaissant.

Je tiens à remercier le Ministre Frédérique Dohou pour ses soutiens matériels.

Je remercie aussi mes parents et amis de Pobè, Cotonou, Porto-Novo... pour leurs soutiens tant matériels que moraux sans lesquels ce travail n'aurait pu connaître cet aboutissement.

Enfin, la communauté béninoise de Nancy a été très solidaire avec moi. Elle n'a ménagé aucun effort pour être à mes cotés à tout moment. Je la remercie et je formule le vœu de voir prospérer cette association qui reste un creuset d'échange et d'entraide.

Table des matières

INTRODUCTION GÉNÉRALE		
1. LA DI	FFUSION MASSIQUE DANS LE BOIS	12
INTRODUC	TION	12
1.1. Diff	FUSION MASSIQUE ET SES CHAMPS D'ACTION	12
1.1.1.	Définition	12
1.1.1.	Domaine d'application de la diffusion massique	15
1.2. Mét	HODES EXPÉRIMENTALES UTILISÉES POUR DÉTERMINER LA DIFFUSIVITÉ MASSIQUE	17
1.2.1.	En régime permanent	17
1.2.2.	En régime transitoire	
1.2.3.	Autres méthodes expérimentales	19
1.2.4.	Pistes à explorer	19
1.3. ANA	LYSE DES DONNÉES EXPÉRIMENTALES	20
1.3.1.	Méthodes analytiques	20
1.3.2.	Méthodes numériques et inverses	30
CONCLUSI	ON	33
LA TENEUI	R EN EAU PAR PESÉE	41
	· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·	41
2.1. SCH	EMA DE SYNTHESE DE LA METHODE INVERSE	41
2.2. EXP	ERIMENTATION	
2.2.1.	Dispositif experimental	43
2.2.2.	Preparation des echantilions et protocole experimental	44
2.2.3.	Exemple ae mesure	45
2.3. PRE	SENTATION DU CODE DE SIMULATION TRANSPORE	45
2.4. FON	Equation objective ETSA MINIMISATION	48
2.4.1.	Algorithm of the Simular	40
2.4.2.	Algorithme au simplex	40
2.3. EIU	DE DE L'EFFET DE LA DUREE EXPERIMENTALE SUR LE COEFFICIENT DE DIFFUSION IDENTIFIE	32 52
2.0. QUE	AQUES EAEMIPLES D'IDEN HFICATION	55 57
2.1. AVA	INTAGE DE LA METRODE INVERSE	
CONCLUSI	ON	58

3. DÉTH	ERMINATION DE LA DIFFUSIVITÉ MASSIQUE PAR MESURE ÉLECTRIQUE :	
CONCEPT	'ION ET MISE EN ŒUVRE D'UN DISPOSITIF DE MESURE EN ROUTINE	
INTRODU	CTION	61
3.1. Ов	JECTIFS DE LA MÉTHODE	62
3.1.1.	La rapidité de la méthode	62
3.1.2.	La fiabilité de la méthode	63
3.2. Dis	SPOSITIF EXPÉRIMENTAL	64
3.2.1.	Schéma d'ensemble du dispositif	65
3.2.2.	Le mégohmmètre	65
3.2.3.	La chaîne d'acquisition	67
3.3. Pr	ÉPARATION DES ÉCHANTILLONS	68
3.4. Pro	OTOCOLE EXPÉRIMENTAL	69
3.5. INT	TÉRÊT DE LA MÉTHODE ÉLECTRIQUE	73
CONCLUS	ION	73
4. IDEN	TIFICATION DE LA DIFFUSIVITÉ MASSIOUE À PARTIR DE LA MESURE DE LA	
RÉSISTAN	ICE ÉLECTRIQUE	77
INTRODU	CTION	77
4.1. Re	VUE BIBLIOGRAPHIQUE SUR LA RÉSISTIVITÉ ÉLECTRIQUE DU BOIS	78
4.2. Dé	TERMINATION DE LA RÉSISTIVITÉ ÉLECTRIQUE	80
4.2.1.	Etude de la conduction électrique dans un échantillon de bois	81
4.2.2.	Expression des potentiel et champ électrique dans l'échantillon	82
4.2.3.	Expression de la résistivité électrique	86
4.2.4.	Test de calibrage et de détermination de la résistivité électrique en fonction de l'humidité rel	lative
d'équ	ilibre du bois	87
4.3. Mé	ÉTHODE INVERSE D'IDENTIFICATION DE LA DIFFUSIVITÉ MASSIQUE	89
4.3.1.	Calcul de la résistance électrique en régime transitoire	90
4.3.2.	Fonction objective et identification du coefficient de diffusion massique	91
4.3.3.	Etude du coefficient de diffusion identifié en fonction du temps total utilisé	93
4.3.4.	Validation par la méthode gravimétrique	95
CONCLUS	SION	97
5. APPL	ICATION DE LA MÉTHODE ÉLECTRIQUE À LA CARACTÉRISATION DU BOIS	100
INTRODU	CTION	100
5.1. Ré	SULTATS DES MESURES EFFECTUÉES SUR SIX ESSENCES TROPICALES ET SIX ESSENCES TEMPÉRÉES	100
5.1.1.	Matériel végétal et échantillonnage	100
5.1.2.	Présentation des résultats	103

5.	.1.3.	Analyses et commentaires	. 109
5.2.	Résu	ILTATS DES MESURES EFFECTUÉES SUR DU BOIS TRAITÉ THERMIQUEMENT	. 121
5.	.2.1.	Traitement thermique du bois	. 121
5.	.2.2.	Mesure du coefficient de diffusion massique du bois traité thermiquement par la méthode	
él	lectriqi	1e	. 123
5.	.2.3.	Mesure du coefficient de diffusion massique du bois traité thermiquement par méthode de pes	ée
			. 125
CONC	LUSIC)N	. 127
CONC	LUSIC	DN GÉNÉRALE ET PERSPECTIVES	. 132

Introduction générale

Introduction générale

La diffusivité massique est l'une des propriétés liées aux transferts de matière au sein des matériaux poreux. Dans le cas particulier du bois, ce paramètre physique est très important et caractérise l'aptitude de ce matériau à laisser migrer l'eau liée ou la vapeur d'eau.

Au-delà de son caractère qui relève du domaine de la science fondamentale, la diffusivité massique admet plusieurs applications. Par exemple, ce paramètre physique intervient dans la conception de simulateurs de séchage du bois et de produits dérivés ainsi que tout autre matériau hygroscopique. Il intervient également dans le domaine du bâtiment, notamment dans la modélisation des transferts hydriques à travers son enveloppe. La modélisation qui est de plus en plus nécessaire pour le dimensionnement des parois des bâtiments peut avoir un impact non négligeable sur la sensation de confort des occupants. De même l'hygroscopie du bois, qui amène ce dernier à s'équilibrer avec son environnement immédiat, est une raison supplémentaire justifiant l'étude de ce paramètre physique, qui régit le phénomène de sorption, toujours présent dans la vie de ce matériau.

L'objectif poursuivi dans ce travail de thèse est de mettre au point une méthode de détermination en routine de la diffusivité massique dans le bois en régime transitoire. Cette méthode doit être à la fois rapide, fiable et doit prendre en compte le couplage chaleur-masse présent dans tout phénomène de transferts en milieu poreux hygroscopique.

La démarche scientifique proposée s'appuie sur l'identification du coefficient de diffusion par méthode inverse. Cette méthode est constituée de trois étapes complémentaires :

- la mesure expérimentale exploite la forte influence de la teneur en eau sur la résistance électrique du bois. En effet, au cours de nos tests, la teneur en eau est suivie de façon indirecte par la mesure de la résistance électrique du bois. Bien que cette pratique soit très répandue pour l'estimation de la teneur en eau du bois, elle n'a jamais été utilisée pour la détermination de la diffusivité massique. De plus, grâce à un système de multiplexage, plusieurs échantillons peuvent être testés à la fois à partir d'une seule unité de mesure, ce qui constitue un gain de temps expérimental ;

- l'analyse des données expérimentales est assurée par le code de calcul *TransPore* reconnu pour sa capacité à simuler les phénomènes de transferts en milieu poreux hygroscopique tout en prenant en compte les conditions réelles subies par les échantillons, les résistances aux transferts internes et externes et surtout le couplage chaleur-masse généralement négligé dans les différentes méthodes analytiques ou numériques de dépouillement des résultats expérimentaux proposées par certains scientifiques. En effet, ce code numérique permet de prédire la résistance électrique du bois grâce au champ de teneur en eau calculé au cours du temps au sein de l'échantillon ;
- enfin, l'identification du coefficient de diffusion est faite par la minimisation de la fonction objective définissant l'écart entre les données expérimentales et les données prédites par le code *TransPore*.

La présentation de ce travail scientifique est structurée en cinq chapitres.

Dans le premier chapitre, une revue bibliographique sur le sujet est proposée afin de faire le point sur les méthodes existantes, les plus utilisées par les scientifiques. Quelques rappels sont également effectués concernant les applications pratiques du coefficient de diffusion massique.

Dans le deuxième chapitre, est présenté le principe de la méthode inverse associée à la technique expérimentale de mesure par pesée. Le coefficient de diffusion est identifié par minimisation de la fonction objective via l'algorithme du *Simplex*. Ce dernier fait l'objet d'une attention particulière, avec une présentation bien détaillée en fin de chapitre.

Le troisième chapitre s'intéresse plus particulièrement au nouveau dispositif expérimental. Y sont ajoutées, quelques mesures brutes effectuées sur certains échantillons afin de se mettre à l'évidence de l'effet de la teneur en eau sur la résistance électrique et de souligner la pertinence du choix de la mesure de cette grandeur physique.

Dans le quatrième chapitre, l'ensemble de la méthode inverse associée à la nouvelle technique de mesure électrique est exposé. Ce travail nécessite une étape importante consacrée à l'étude de la résistivité électrique du bois déterminée à partir de la résistance électrique mesurée, de la géométrie des échantillons et des électrodes et de la fixation de ces derniers sur les échantillons. La nouveauté de la méthode a nécessité une étude de validation pour confirmer sa fiabilité. A cet effet, nous avons effectué des tests par la méthode de pesée

(voir chapitre 2). La validation a donc consisté à comparer ces résultats à ceux obtenus avec la nouvelle méthode par mesure de résistance électrique.

Enfin, le cinquième et dernier chapitre est consacré à la présentation, l'analyse et l'interprétation de tous les résultats issus de l'application de la nouvelle méthode pour la caractérisation de six essences de bois tempérés et six autres de bois tropicaux. Ce chapitre prendra aussi en compte les mesures effectuées sur du bois traité thermiquement.

Finalement, une conclusion mettant en exergue les résultats marquants de la nouvelle méthode, ses points forts et ses limites a été présentée. Elle est suivie des perspectives.

Chapitre 1 :

La diffusion massique dans le bois

1. La diffusion massique dans le bois

Introduction

La diffusivité massique dans le domaine hygroscopique du bois est l'une des propriétés de transferts qui caractérise la migration de l'eau liée. Bien que faisant partie des paramètres physiques auxquels les scientifiques s'intéressent depuis des décennies, la diffusivité massique reste malheureusement, de nos jours, toujours défavorisée par des difficultés inhérentes à sa détermination. La recherche de techniques fiables et rapides amène les scientifiques à proposer différentes approches tant théoriques qu'expérimentales. L'objectif poursuivi dans ce premier chapitre est de présenter la grandeur physique «diffusivité massique» à travers sa définition, ses applications et les différentes méthodes théoriques et expérimentales nécessaires pour son évaluation.

1.1. Diffusion massique et ses champs d'action

1.1.1. Définition

La diffusivité massique est la propriété d'un corps, qui permet de caractériser l'aptitude de l'eau d'y migrer sous l'influence d'un gradient de concentration de teneur en eau, de pression partielle de vapeur, etc. Dans le cas du bois et dans le domaine hygroscopique, la notion de diffusivité massique est beaucoup plus complexe. En effet, on note de façon générale la diffusion gazeuse de la vapeur d'eau dans les vides cellulaires et la migration de l'eau liée dans les parois cellulaires. A l'échelle microscopique, ces deux phénomènes interviennent de façon couplée.

Historiquement, Fick (1855) a été le premier à comprendre clairement le phénomène de diffusion. Concrètement, il a étudié la diffusion des ions dans l'eau et a trouvé qu'en présence d'un gradient de concentration, s'établit un flux de particules, dans le sens descendant du

gradient, proportionnel à ce dernier. Il en conclut que le processus est décrit par une loi dont la formulation à une dimension est la suivante :

$$q = -D_c \cdot \frac{dc}{dx} \tag{1-1}$$

q : densité de flux massique $(kg.m^{-2}.s^{-1})$

- D_c: diffusivité massique (m².s⁻¹)
- c: concentration d'humidité (kg.m⁻³)
- x : direction de diffusion (m)

Le signe moins (-) indique que le transport se fait des fortes aux faibles concentrations : le flux induit tend à ramener le milieu à l'équilibre. Cette loi est appelée première loi de Fick. Elle se généralise à trois dimensions selon l'expression suivante :

$$\vec{q} = -\vec{D}_c \cdot \vec{\nabla}c \tag{1-2}$$

 $\overline{D_c}$: tenseur d'ordre 2.

Afin de mettre en évidence l'évolution en temps du flux induit, Fick a établi une seconde loi en utilisant la conservation de la masse.

En effet, considérons un cylindre parallèle à la direction de diffusion et de section unité (*Figure 1-1*). Considérons également dans ce cylindre, un volume élémentaire limité par les plans P_1 et P_2 d'abscisses respectives x et x + dx. Les valeurs des flux à travers les deux plans sont respectivement q(x) et q(x + dx).



Figure 1-1: Diffusion à une dimension en régime transitoire

La quantité de matière accumulée dans l'élément de volume limité par les deux plans P_1 et P_2 est donnée par la relation :

$$\left[q(x) - q(x + dx)\right] \cdot dt = -\frac{\partial q}{\partial x} \cdot dxdt$$
(1-3)

Cette quantité de matière peut également s'exprimer en fonction de la variation temporelle de la concentration dans l'élément de volume de longueur dx, soit :

$$\left[c(t+dt)-c(t)\right] \cdot dx = \frac{\delta c}{\delta t} \cdot dt dx$$
(1-4)

En égalisant les expressions (1 - 3) et (1 - 4), on obtient :

$$\frac{\partial q}{\partial x} = -\frac{\partial c}{\partial t} \tag{1-5}$$

En combinant (1 - 1) et (1 - 5), on obtient :

$$\frac{\partial c}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x} \left(D_c \frac{\partial c}{\partial x} \right)$$
(1-6)

L'expression (1 - 6) est appelée seconde loi de Fick en supposant que la vitesse barycentrique est nulle. Elle permet d'exprimer l'évolution de l'état du système en régime transitoire. Elle est également généralisable en trois dimensions :

$$\frac{\partial c}{\partial t} = \operatorname{div}\left(\overline{D_c} \cdot \overrightarrow{\operatorname{gradc}}\right) \tag{1-7}$$

Notons que la première loi de Fick est analogue à plusieurs autres lois de transport comme la loi d'Ohm locale en électricité et la loi de Fourier en conduction thermique. Contrairement à ces deux dernières lois où la force motrice d'étude est unique (gradient de potentiel électrique pour la loi d'Ohm locale et gradient de température pour la loi de Fourier), différentes forces motrices peuvent être sélectionnées pour exprimer la loi de Fick. Parmi celles-ci, on peut citer : les gradients de concentration d'humidité c(kg/m³), de teneur en eau X(kg d'eau/kg de bois anhydre) et de pression partielle de vapeur (Pa)... (Skaar 1988). Cependant, en régime isotherme, il est possible de passer d'une force motrice à une autre tout en changeant l'unité du coefficient de diffusion. Cette pratique crée souvent, beaucoup de confusion au niveau des valeurs trouvées dans la littérature (Wadso 1993). C'est dire que le choix ou au moins

l'indication de la force motrice est très important pour toute détermination de la diffusivité massique.

A toutes ces difficultés, s'ajoute le fait que le coefficient de diffusion dépend de la température et de la teneur en eau du bois. Toutefois, il est possible de travailler à température constante et de faire varier l'humidité relative de façon à minimiser l'effet du gradient de teneur en eau qui est la force motrice généralement utilisée pour le bois. Aussi, lorsque le coefficient de diffusion est calculé à partir d'une solution analytique des lois de Fick comme c'est le cas dans les travaux de Zohoun 1998; Agoua 2001; Mouchot 2002..., on ne peut faire autrement que de considérer sa valeur constante.

Entre autres complications, on peut également citer le couplage inévitable entre le transfert thermique et massique. En conséquence, au lieu de la résolution d'une seule équation aux dérivées partielles du second ordre, on est généralement confronté à une série d'équations couplées aux dérivées partielles non linéaires basées sur la conservation de la masse, de la quantité de mouvement et de la chaleur, accompagnées des conditions aux limites et initiales.

Enfin, il faut noter également que tous les phénomènes de diffusion ne sont pas descriptibles par les lois de Fick. Des comportements appelés non fickiens sont souvent observables sur le bois au cours des phases de sorption lente ou différée, surtout lorsque le gradient de teneur en eau devient très faible (Siau 1984; Wadso 1993). Ces phénomènes sont généralement attribués à des restructurations des macromolécules.

Toutes ces difficultés nous ont incité à imaginer de nouvelles méthodes d'évaluation du coefficient de diffusion plus rapides et plus fiables.

1.1.1. Domaine d'application de la diffusion massique

La diffusivité massique reste un paramètre physique méconnu du grand public. Par exemple, la température est souvent considérée comme le seul facteur influençant le confort dans l'habitat au dépend de l'humidité relative. Ainsi, lorsqu'on a chaud ou froid dans un bâtiment, la première idée est d'agir sur la température sans se poser de questions sur les désagréments imputables au niveau d'humidité relative. Ce sont là, autant de faits qui ne favorisent pas l'étude des propriétés diffusives des matériaux en général et du bois en particulier.

Bien que la diffusivité massique soit peu utilisée dans la vie quotidienne, il existe tout de même des domaines d'application très variés qui nécessitent une bonne connaissance de ce paramètre.

En effet, la diffusivité massique est une grandeur physique indispensable pour aborder les problèmes de séchage et d'imprégnation des solides dont le bois. Sa valeur peut être prédite et optimisée à partir des données expérimentales de séchage. Les travaux de Perré 1993; Chen *et al.* 1994; Bramhall 1995; Dincer *et al.* 1996; Hunter 1996; Rosenkilde *et al.* 1996; Langrish *et al.* 1997; Li 1997; Pang 1997; Rosenkilde *et al.* 1997; Simpson *et al.* 1997; Santini *et al.* 1998; Hukka *et al.* 1999; Duk *et al.* 2001; Hunter 2001; Peralta *et al.* 2003... constituent un ensemble de ressources scientifiques qui montre l'effet de la diffusion massique sur le séchage du bois ou tout autre matériau poreux. De plus, une prédiction fiable de ce paramètre physique permettra d'alimenter des codes de simulation des phénomènes de transport tels que *TransPore* (Perré 1992; Perré *et al.* 1999), S-Plus (Barnard *et al.* 1998), WUFI (Künzel *et al.* 1994), etc. Par conséquent, les procédés de séchage ou autres pourront être optimisés, tout particulièrement pour des systèmes industriels partiellement ou complètement automatisés (Zogzas *et al.* 1994).

Au-delà des procédés industriels, le contrôle du niveau de l'humidité dans les bâtiments devient maintenant une problématique sérieuse pour les architectes. En effet, l'humidité joue un rôle très important dans presque tous les problèmes de durabilité des matériaux poreux de construction. Dans beaucoup de cas, elle est souvent la cause directe de la détérioration de ces matériaux. Une accumulation excessive d'humidité cause, en particulier pour le bois et ses dérivées, des pourritures irréversibles. Elle peut aussi favoriser la formation des moisissures et avoir des incidences sur la santé des occupants du bâtiment. Ce contrôle permettra aux spécialistes du bâtiment un choix pertinent du matériau de construction et de leur arrangement, notamment pour les murs isolés.

Pour comprendre et prévoir le mécanisme de transport d'eau à travers l'enveloppe d'un bâtiment, de nombreux outils de simulation ont été développés dans le monde ces dernières années (exemple de WUFI développé par le Fraunhofer Institut Bauphysik en Allemagne) (Künzel et Holm 1994). Ces modèles ont besoin, pour une bonne simulation, des valeurs justes et fiables des coefficients de diffusion massique et thermique du matériau étudié. Notons que le bois possède un pouvoir régulateur du taux d'hygrométrie, ce qui est un atout majeur. En effet, le bois est un matériau hygroscopique. A ce titre, il a la capacité d'absorber et de dégager naturellement l'humidité et d'atteindre un état qui corresponde à un équilibre avec son environnement immédiat. Son utilisation interne (platelage et bardage en bois) permet ainsi de réguler l'humidité à l'intérieur du bâtiment. De même, en revêtement externe, une essence de bois à faible valeur de diffusivité offrira une performance hygroscopique durable pour un bâtiment...

Cet inventaire des champs d'application de la diffusivité massique est loin d'être exhaustif. Mais il permet au moins de se faire une idée de la nature de ce paramètre physique, qui est primordial dans l'étude de nombreux phénomènes de transport.

1.2. Méthodes expérimentales utilisées pour déterminer la diffusivité massique

La diffusivité massique est un paramètre phénoménologique. Sa détermination est basée sur deux étapes complémentaires : la collecte des données expérimentales et l'analyse de ces données.

Nous allons consacrer cette partie du document à la première étape. Ainsi, une revue des différentes techniques qui permettent d'évaluer ce coefficient de diffusion massique est proposée.

A ce propos, on peut distinguer deux types de diffusivité massique, celle mesurée en régime permanent d'une part et celle mesurée en régime transitoire d'autre part. A chaque type, correspondent des protocoles expérimentaux bien spécifiques.

1.2.1. En régime permanent

En régime permanent, la détermination de la diffusivité massique consiste à mesurer, jusqu'à l'équilibre, l'évolution de la masse d'un échantillon de bois soumis de part et d'autre de ses faces à deux valeurs d'humidité relative différentes. La technique du «vaporimètre» est généralement utilisée. Elle consiste à couvrir un verre d'un échantillon de bois. A l'intérieur du verre, se trouve généralement une solution saturée de sel qui régule l'humidité relative. Le verre est ensuite placé sur une balance dans une étuve à humidité relative contrôlée. La

différence d'humidité relative ainsi créée de part et d'autre de l'échantillon, fera perdre ou gagner à ce dernier de l'eau. La balance permet de mesurer l'évolution de la masse de l'échantillon au cours du temps. En cas d'absorption ou de désorption, on note respectivement un gain ou une perte de masse. Cette méthode ; utilisée depuis des décennies par plusieurs chercheurs comme Martley (1926a), Martley (1926b), Comstock (1963), Wadso (1993) ..., etc ; va connaître avec le temps d'importantes améliorations. Dans le cas du bois, la variation dimensionnelle des échantillons au cours du transport de l'humidité a fait l'objet d'une attention toute particulière au LERMaB (Laboratoire d'Etude et de Recherche sur le Matériau Bois). Ainsi, le système PVC-CHA a-t-il été mis au point et utilisé par Zohoun (1998). Ce système a la particularité d'être très étanche et de ne permettre la diffusion de l'humidité qu'à travers l'épaisseur de l'échantillon.

1.2.2. En régime transitoire

En régime transitoire, le principe repose sur le suivi, au cours du temps, de la teneur en eau d'un échantillon de bois, préalablement équilibré au sein d'un environnement à humidité relative contrôlée et qui subit une variation brusque de cette dernière. Généralement, la technique de pesée successive ou la gravimétrie est utilisée pour la collecte des données expérimentales. Quelques exemples récents d'utilisation de cette technique peuvent être trouvés dans : Siau 1984; Skaar 1988; Mehlhorn et al. 1990; Wenk 1992; Wadso 1994; Zogzas et al. 1994; Park et al. 1996; Zohoun 1998; Fauchon 2000; Zhou 2000; Agoua 2001..., etc. Seul le contrôle de l'humidité relative différencie les chercheurs dans l'utilisation de cette technique. En effet, certains auteurs comme Wadso (1994), Koc et al. (2002)... utilisent des solutions salines saturées pour la régulation de l'enceinte climatique. D'autres préfèrent des systèmes de régulation à l'aide du cryothermostat (Zohoun 1998; Agoua et al. 2001; Mouchot 2002). Il peut aussi arriver que des séchoirs standards équipés de leur propre système de régulation soient utilisés. Dans tous les cas, il est utile de connaître les conditions et les instants de mesure de la masse de l'échantillon soumis au test. Ces techniques ont la particularité d'être peu coûteuses, d'être destructives ou non et d'être relativement faciles à mettre en œuvre.

Notons que la méthode gravimétrique présente quelques inconvénients tels que : la préparation des échantillons qui demandent l'étanchéité de toutes les faces ne participant pas aux échanges, le petit nombre d'échantillons qui sont traités en un temps relativement long et la difficulté de changement brusque des conditions autour de l'échantillon. Ce qui amène à

penser à d'autres méthodes de mesure en routine beaucoup plus rapides et fiables. A ces problèmes, le LERMaB a essayé de trouver des solutions en mettant au point un système de «double enceinte» utilisée par Zohoun 1998; Agoua 2001; Mouchot 2002 dans leurs travaux respectifs. Ce système permet à la fois de bien contrôler l'humidité relative dans chaque enceinte et d'avoir son changement brutal en temps réel. Il permet également de tester un nombre important d'échantillons.

1.2.3. Autres méthodes expérimentales

La méthode gravimétrique n'est pas la seule utilisée pour la détermination de la diffusivité massique en régime permanent ou transitoire. Une cellule de diffusion du type Wicke et Kallenbach (utilisée depuis longtemps pour mesurer la diffusivité apparente des réactifs au sein de milieux poreux comme les catalyseurs solides) a été mise au point par Mouchot *et al.* (2002) pour mesurer de façon indirecte la diffusivité de la vapeur d'eau dans le bois grâce à la diffusion de gaz inertes à travers le bois.

Par ailleurs, de nouvelles techniques non destructives se développent de plus en plus. On peut citer la mesure du coefficient de diffusion par ultrason (Minamisawa *et al.* 1994) et la mesure du flux de vapeur d'eau par tomographie (Wiberg *et al.* 1999).

1.2.4. Pistes à explorer

En dehors de la technique de pesée qui permet de mesurer directement la teneur en eau du bois, d'autres méthodes indirectes ont été développées depuis des décennies. On peut citer par exemple la méthode de mesure de la résistivité électrique du bois (Stamm 1927; Chen *et al.* 1994; Santini 1998; Norberg 1999; Norberg 2000...), la méthode par atténuation des rayons gamma (Davis *et al.* 1993...) ou rayons X (Medved *et al.* 1998; Nakada *et al.* 1999; Nakada *et al.* 1999...), la résonance magnétique nucléaire (NMR) (Guzenda *et al.* 2000...), la tomographie (Pang *et al.* 1998; Petutschnigg *et al.* 2002...), les rayonnements micro-ondes (Danko 1994...), etc.

Le coût trop élevé et les soins particuliers que demandent la mise en œuvre de ces techniques ralentissent leur développement. De même, l'imprécision, due à des mesures indirectes de la teneur en eau qui amène l'opérateur à calibrer son appareil, est aussi un frein pour l'utilisation de ces techniques. Généralement non destructives, ces techniques méritent une attention

particulière en vue d'une avancée notable dans le domaine de la diffusion de la vapeur d'eau dans le bois. C'est en effet, la raison pour laquelle, nous avons utilisé, dans le cadre de ce travail de thèse, une méthode reposant sur la mesure de la diffusivité massique à partir de la mesure de la résistance électrique du bois. Elle a la caractéristique principale d'être rapide et de permettre des mesures en routine. Cette méthode fera l'objet d'une étude particulière dans les chapitres 3 et 4.

1.3. Analyse des données expérimentales

Dans le paragraphe précédent, nous avons décrit plusieurs configurations expérimentales permettant d'induire une diffusion massique. Ceci a montré le rôle de l'expérimentation dans les différentes étapes d'une bonne prédiction de la diffusivité massique. Bien que l'expérimentation soit une base primordiale du processus, le choix conséquent d'une méthode théorique pour analyser correctement les données expérimentales est aussi indispensable.

Il faut rappeler que pour les matériaux poreux en général et le bois en particulier, la détermination de la diffusivité massique est très complexe. En effet, le phénomène de transport de l'humidité dans les milieux poreux est gouverné par une série d'équations aux dérivées partielles non linéaires dont la résolution analytique simple est difficile, voire impossible dans bon nombre de configurations.

Dans la littérature scientifique, il existe plusieurs méthodes analytiques et numériques de résolution de ces équations aux dérivées partielles. La différence entre chaque approche dépend des conditions aux limites et initiales fixées par l'expérimentation, ainsi que des simplifications admises.

Il serait fastidieux, voire ennuyeux de faire l'inventaire des différentes méthodes rencontrées dans la littérature au risque de nous éloigner de l'objectif de notre travail. Néanmoins, nous pensons qu'il est utile de rappeler quelques méthodes parmi les plus récentes et les plus utilisées.

1.3.1. Méthodes analytiques

Les méthodes analytiques dépendent du régime de diffusion et du type d'expérimentation. En effet, en régime permanent, la première loi de Fick est souvent utilisée alors que le régime

transitoire nécessite l'emploi de la seconde loi de Fick. Dans cette partie, nous allons présenter, pour chaque régime, différents modèles analytiques.

a) Régime permanent

En général, les calculs se font à partir du bilan de masse et de l'expression de la première loi de Fick, en traitant la vapeur d'eau transportée comme un gaz parfait. La détermination du coefficient de diffusion se fait par l'intermédiaire de la diffusivité expérimentale réduite f_{exp} (rapport de la diffusivité de la vapeur d'eau dans le bois à la diffusivité de la vapeur d'eau dans l'air) :

$$f_{exp} = \frac{Q \cdot L \cdot R \cdot T}{D_v \cdot A \cdot (Hr_2 - Hr_1) \cdot P_{vs}(T) \cdot M_v}$$
(1-8)

Q : flux massique mesuré (perte ou gain de masse par unité de temps) (kg/s)

A : surface de la section droite de l'échantillon (m^2) .

M_v: masse molaire de la vapeur d'eau (kg/mol).

Hr₁ et Hr₂ : valeurs de l'humidité relative de part et d'autre de l'échantillon (%).

T : température dans les conditions d'essai (K).

L : épaisseur de l'échantillon (m).

 D_v : coefficient de diffusion de la vapeur d'eau dans l'air (m²/s).

 $P_{vs}(T)$: pression de vapeur d'eau saturante à la température T (Pa).

La mesure de la perte ou du gain de masse de l'échantillon permet d'évaluer Q et de calculer le coefficient de diffusion à partir de l'équation (1 - 8) (Zohoun 1998; Mouchot 2002).

Signalons que la force motrice utilisée dans le cadre de ce calcul est le gradient de la masse volumique de la vapeur d'eau.

b) Régime transitoire

En régime transitoire, il existe plusieurs méthodes analytiques de prédiction du coefficient de diffusion. La plupart utilise une expérimentation basée sur le principe de la pesée successive. Le gradient de teneur en eau est généralement employé comme force motrice. Les travaux de Langrish et Bohm (1997) ont montré que ce paramètre permet de mieux simuler les phénomènes de transferts dans le bois.

Rappelons que la teneur en eau du bois, notée X, est égale à la quantité d'eau contenue dans ce dernier, exprimée en pourcentage de son poids anhydre.

$$X = \frac{M_{h} - M_{0}}{M_{0}}$$
(1 - 9)

M_h: masse du bois humide (kg)

M₀: masse du bois anhydre (kg)

Si le gradient de teneur en eau est pris comme force motrice, la première loi de Fick à une dimension devient :

$$q_{\rm m} = -\rho_0 \cdot \mathbf{D} \cdot \frac{\mathrm{dX}}{\mathrm{dx}} \tag{1-10}$$

 q_m : densité de flux massique (kg.s⁻¹.m⁻²)

 $\rho_0 = M_0/V$: masse volumique de bois sec (kg.m⁻³)

- D : diffusivité massique $(m^2.s^{-1})$
- X : teneur en eau (kg d'eau/kg de bois sec)
- x : coordonnée d'espace définie dans la direction de diffusion (m).

En utilisant la conservation de la masse :

$$\frac{\partial(\rho_0 \cdot \mathbf{X})}{\partial t} = -\frac{\partial q_m}{\partial \mathbf{x}} \tag{1-11}$$

La seconde loi de Fick devient :

$$\frac{\mathrm{dX}}{\mathrm{dt}} = \frac{\mathrm{d}}{\mathrm{dx}} \left(\mathbf{D} \cdot \frac{\mathrm{dX}}{\mathrm{dx}} \right) \tag{1-12}$$

En définissant une teneur en eau adimentionnée :

$$X^{*} = \frac{X - X_{\text{équilibre}}}{X_{\text{initiale}} - X_{\text{équilibre}}}$$
(1 - 13)

Et en supposant D constant, l'équation (1 - 12) se réécrit :

$$\frac{\mathrm{dX}^*}{\mathrm{dt}} = \mathbf{D} \cdot \frac{\mathrm{d}^2 \mathbf{X}^*}{\mathrm{dx}^2} \tag{1-14}$$

 $X_{équilibre}$ correspond à la teneur en eau de l'échantillon à l'équilibre entre ce dernier et l'air ambiant qui l'entoure à une humidité relative donnée.

Notons que le changement de variable ne change pas l'unité du coefficient D dans ce cas.

Le coefficient de diffusion peut être déterminé directement ou indirectement à partir d'une analyse analytique des données expérimentales. Chaque cas de figure dépend des hypothèses simplificatrices imposées.

Signalons que la non prise en compte du couplage chaleur-masse et de la résistance aux transferts externes dans certains modèles analytiques de calcul est une des grandes sources d'erreurs sur les résultats trouvés dans la littérature.

Dans la suite de ce paragraphe, nous allons rappeler les méthodes analytiques du régime transitoire les plus usitées et citées dans la littérature. Les travaux de Agoua *et al.* (2001) nous semblent plus synthétiques et rendent compte, de façon concrète, des différents cas de figure. La *figure 1-2* donne la géométrie typique des échantillons qu'il a testés.



Figure 1-2: Géométrie des échantillons testés

i. hypothèse du milieu semi-infini $(0 < x < \infty)$

Il s'agit ici d'un cas de détermination directe de la diffusivité massique. En effet, en milieu semi-infini, on suppose la résistance aux transferts de masse externe négligeable. C'est à dire qu'il n'y a pas de couche limite externe pour les transferts de masse. Les conditions initiales et aux limites suivantes peuvent donc être imposées :

- condition initiale: à t=0,
$$\forall x, X^*=1$$

- conditions aux limites : pour t>0, $X^*_{|x=0 \text{ et } x=e}=0$ (1 - 15)

En faisant le changement de variable suivant :

$$\eta = \frac{x}{\sqrt{4 \cdot D \cdot t}} \tag{1-16}$$

et en considérant l'épaisseur totale e de l'échantillon (*figure 1-2*), l'équation (1 - 14) a pour solution analytique :

$$\overline{\mathbf{X}^*}(\mathbf{t}) = \frac{4}{\mathbf{e}} \cdot \sqrt{\frac{\mathbf{D}}{\pi}} \cdot \sqrt{\mathbf{t}}$$
(1 - 17)

Expérimentalement, m^{*}(t) (*Figure 1-3*) représente le gain ou la perte de masse adimensionnel.

La grandeur mesurée $m^{*}(t)$ et la grandeur calculée analytiquement $\overline{X^{*}}(t)$ étant sans dimension et moyennées sur l'échantillon, on peut écrire: $\overline{X^{*}}(t) \equiv m^{*}(t)$.

La pente de la partie linéaire de la courbe (*Figure 1-3*) permet de calculer la valeur du coefficient de diffusion via l'expression (1–17). Afin d'éviter les premiers points de la courbe qui représentent les perturbations initiales dues certainement à la condensation et à l'effet opérateur, cette partie linéaire se situe souvent entre m^{*}(t) = 0.1 et m^{*}(t) = 0.5.



Figure 1-3: Profil du gain ou de la perte de masse adimensionnels en fonction de \sqrt{t} .

ii. Milieu fini sans résistance aux transferts externes

Les équations (1-14) et (1-15) suffisent généralement à régir le transport, selon une direction, de la vapeur d'eau dans le bois. Par le biais d'une séparation de variable, Crank (1975) a exprimé la teneur en eau adimentionnée X^* en fonction de la position x et du temps t :

$$X^{*}(x,t) = 1 - \sum_{n=0}^{\infty} \frac{4}{(2n+1) \cdot \pi} \cdot \exp\left[-\left(\frac{(2n+1) \cdot \pi}{e}\right)^{2} \cdot \mathbf{D} \cdot t\right] \cdot \sin\left(\frac{(2n+1)}{2e} \cdot \pi \cdot x\right)$$
(1-18)

L'humidité moyenne de l'échantillon est obtenue par intégration de $X^*(x,t)$ sur l'épaisseur e de celui-ci, soit :

$$\overline{X^{*}}(t) = 1 - \sum_{n=0}^{\infty} \frac{8}{(2n+1)^{2} \cdot \pi^{2}} \cdot \exp\left[-\left(\frac{(2n+1) \cdot \pi}{e}\right)^{2} \cdot \mathbf{D} \cdot t\right]$$
(1 - 19)

Cette solution peut amener à deux types de méthodes d'évaluation du coefficient de diffusion : une directe et l'autre indirecte.

- *méthode du temps de demi-montée*

Le temps de demi-montée est le temps correspondant au changement de moitié de la teneur en eau moyenne $\overline{X^*}(t)$ et qui correspond également à m^{*}=0.5. A cet instant noté $t_{0.5}$, $\overline{X^*}(t_{0.5})$ n'est fonction que de n et de D. Les valeurs de n supérieures ou égales à 1 participent très peu à la somme à cause de la présence de la fonction exponentielle décroissante. Ainsi, le premier terme seul suffit pour la détermination de D et on obtient :

$$D \approx 0.049 \cdot \frac{e^2}{t_{0.5}}$$
 (1 - 20)

e : épaisseur de l'échantillon (m)

t_{0.5} : temps de demi-montée (s)

Le coefficient de diffusion est calculé de façon directe en recherchant sur la courbe de la *figure 1-3* le temps correspondant à $m^*=0.5$.

- méthode avec prise en compte de la solution analytique complète

La prise en compte de toute la solution analytique ne peut se faire que par des résolutions numériques. Cette technique permet de mettre au point un protocole d'identification du coefficient de diffusion par la minimisation, à l'aide d'un algorithme, d'un critère qui est la somme des carrés des écarts entre teneur en eau adimensionnée théorique et celle mesurée :

critère =
$$\frac{1}{p} \cdot \sum_{i=1}^{p} \left(\overline{X^*}(i) - m^*(i) \right)^2$$
 (1 - 21)

p: nombre total de mesures

 $m^*(i)$: la i^{ème} valeur de teneur en eau adimensionnée mesurée au cours du temps $\overline{X^*}(i)$: la i^{ème} valeur de teneur en eau adimensionnée calculée au cours du temps La teneur en eau moyenne adimensionnée théorique $\overline{X}^*(i)$ est déterminée à partir de l'équation (1-19) sans aucune restriction. Cette méthode indirecte appelée également par certains auteurs méthodes inverses est tout à fait cohérente mais souffre de la négligence du couplage chaleur masse et de la résistance aux transferts externes.

iii. Méthode avec prise en compte de la résistance aux transferts de masse au niveau des faces d'échange de l'échantillon.



Figure 1-4 : Axe de symétrie pour le repérage des surfaces d'échange.

Cette méthode a la particularité de prendre en considération les échanges massiques aux interfaces des échantillons. En effet, à l'équation (1-14) sont associées des conditions initiales et aux limites suivantes :

- A t=0,
$$\forall$$
(-e/2*(0,x)=1 (1 - 22)
- \forall t>0, $-\rho_0 \cdot \mathbf{D} \cdot \frac{\partial X}{\partial x}\Big|_{x=\pm e/2} = \mathbf{h}_X (X\Big|_{x=\pm e/2} - X_{\text{équilibre}})$

 h_X : coefficient d'échange massique utilisé lorsque la force motrice considérée est la teneur en eau (kg.s⁻¹.m⁻²).

Dans ce cas, pour la résolution analytique des équations (1-14) et (1-22), on procède par la technique de séparation de variables. Des changements de variables spécifiques sont nécessaires.

Ce qui permet d'avoir une solution de la forme :

$$X^{*}(x,t) = \sum_{n=1}^{\infty} \frac{2 \cdot \sin \delta_{n}}{\delta_{n} + \sin \delta_{n} \cdot \cos \delta_{n}} \cdot \cos(\delta_{n} \cdot \frac{x}{e}) \cdot \exp(-\delta_{n}^{2} \cdot \frac{D \cdot t}{e^{2}})$$
(1 - 23)

Avec δ_n , les solutions successives de l'équation suivante :

$$\delta \tan \delta = \frac{\mathbf{h}_{\mathrm{X}} \cdot \mathbf{e}}{\mathbf{D} \cdot \boldsymbol{\rho}_{\mathrm{0}}} = \mathbf{B}_{\mathrm{m}} \tag{1-24}$$

 B_m : nombre de Biot massique (rapport de la résistance au transfert interne sur la résistance au transfert externe).

L'humidité moyenne de l'échantillon s'obtient enfin, en intégrant l'équation (1 - 23) de 0 à e. On obtient alors :

$$\overline{\mathbf{X}^{*}}(t) = \sum_{n=1}^{\infty} \frac{2 \cdot \sin^{2} \delta_{n}}{\delta_{n} (\delta_{n} + \sin \delta_{n} \cdot \cos \delta_{n})} \cdot \exp(-\delta_{n}^{2} \cdot \frac{\mathbf{D} \cdot t}{\mathbf{e}^{2}})$$
(1 - 25)

Ici également, une résolution numérique est nécessaire. Elle permet de calculer les valeurs théoriques $\overline{X^*}(t)$ de la teneur en eau à partir des valeurs estimées du coefficient de diffusion D et du coefficient d'échange massique h_X . De la même manière qu'au précédent paragraphe, un algorithme d'optimisation permet de trouver les valeurs de D et de h_X qui minimisent l'écart entre la teneur en eau mesurée et celle calculée. Cette dernière méthode a l'avantage de prendre en compte la résistance aux transferts externes souvent négligée par les autres méthodes. De ce fait, les résultats du calcul sont plus proches de ceux de l'expérimentation. Les résultats trouvés par Agoua *et al.* (2001) et Mouchot (2002) grâce à cette méthode sont tout à fait concordants.

c) Récapitulatif sur les méthodes analytiques

L'application de ces quatre méthodes sur les mêmes échantillons par Agoua *et al.* (2001), a donné des résultats très diversifiés (*Tableau 1-1*)

Tableau 1-1: coefficients de diffusion (en $m^2 s^{-1}$) déterminés par 4 méthodes différentes (selon Agoua et al. (2001))

Echantillon (direction)	Milieu semi-infini	Milieu fini sans résistance au transfert externe: temps de demi-montée	Milieu fini sans résistance au transfert externe: prise en compte de toute la courbe expérimentale	Prise en compte de la résistance au transfert de masse à l'interface
Hêtre (H1) (longitudinal)	1.94×10^{-9}	1.427×10^{-9}	1.332×10^{-9}	1.541×10^{-9}
Hêtre (H11) (radial)	1.81×10^{-10}	1.68×10^{-10}	1.71×10^{-10}	1.92×10^{-10}
Hêtre (H7) (tangentiel)	0.94×10^{-10}	1.43×10^{-10}	0.90×10^{-10}	0.99×10^{-10}
Pin sylvestre (PS3) (longitudinal)	1.86×10^{-9}	1.65×10^{-9}	1.56×10^{-9}	1.80×10^{-9}
Pin sylvestre (PS16) (radial)	4.16×10^{-10}	3.30×10^{-10}	3.35×10^{-10}	4.29×10^{-10}
Pin sylvestre (PS8) (tangentiel)	2.76×10^{-10}	2.32×10^{-10}	2.29×10^{-10}	2.87×10^{-10}

Ces écarts, plus ou moins importants, sont généralement dus à l'effet de la résistance aux transferts externes. La *figure 1-5* montre comment ce paramètre peut agir sur les pentes de la teneur en eau adimensionnée identifiée pour les cas extrêmes :

-

 $h_X/\rho_0 = \infty$, coefficient d'échange fort et faible résistance aux transferts externes ;

 $h_X/\rho_0=10^{-7}$ m/s, coefficient d'échange faible et forte résistance aux transferts externes.

Ainsi, on peut constater qu'avec une résistance élevée, la montée initiale en teneur en eau est très lente alors qu'elle est très rapide dans le second cas.

Afin de se rendre à l'évidence du rôle du couplage chaleur-masse sur les phénomènes de transferts, Agoua *et al.* (2001) ont également utilisé le code de simulation *TransPore* (code qui fera l'objet d'une étude particulière dans le chapitre 2) pour simuler les différents essais de diffusion. Les résultats obtenus ont prouvé que seuls les cas où le couplage est pris en compte dans la simulation numérique (*TransPore*) permet de trouver des valeurs concordantes à celle des résolutions analytiques avec prise en compte de la résistance aux transferts externes. De ce fait, l'erreur commise en négligeant le couplage dans la résolution analytique est donc compensée par la résistance aux transferts externes. D'où l'intérêt d'utiliser la résolution numérique pour mieux appréhender les phénomènes de transport dans le bois.

En dehors de la possibilité de résolution des équations non linéaires généralement rencontrées dans les transferts de chaleur et de masse, le calcul numérique permet de traiter des cas de figure très complexes allant de la prise en compte du couplage chaleur-masse au coefficient de diffusion variable.



Figure 1-5 : Evolutions de la teneur en eau pour différentes valeurs du coefficient d'échange (Agoua et al. 2001).

1.3.2. Méthodes numériques et inverses

Etant donné les limites des méthodes analytiques, la simulation numérique est beaucoup plus adaptée à la détermination de la diffusivité massique en régime transitoire. Ceci est dû à la quantité et à la complexité des équations à résoudre. Le calcul numérique permet en effet de résoudre des systèmes d'équations aux dérivées partielles non linéaires qui caractérisent généralement les phénomènes de transfert. La prise en compte plus ou moins complète des conditions initiales et aux limites est l'un des atouts majeurs de la simulation numérique. Sa pratique a pris un essor important ces dernières années avec le développement d'outils informatiques toujours plus performants et de puissants logiciels de calculs.

Un modèle numérique de résolution des phénomènes de transferts peut être utilisé de deux façons assez différentes :

- le premier type de simulation permet de prédire le champ spatial des variables d'état (teneur en eau, température, pression) au cours du temps. Dans ce cas, le modèle utilise des valeurs mesurées, calculées ou estimées pour les paramètres physiques. El-Kouali *et al.* (1992) ont par exemple mis au point un modèle numérique susceptible de prédire la cinétique d'absorption ou de désorption en «dimension trois » dès lors que le coefficient de diffusion est connu dans ces directions. Künzel et Holm (1994) quant à eux sont à l'origine du code WUFI qui permet de simuler le transfert de chaleur et de masse à travers le mur d'un bâtiment. De même, le code *TransPore* (Perré 1992; Perré et Turner 1999) de simulation de transferts couplés de chaleur et de masse en milieu poreux fait partie de la même famille que les précédents. Dans le même registre, on peut citer également le modèle de Souza *et al.* (2000) sur le transfert de chaleur et de masse en milieu poreux et hygrométrique ;

le second type d'utilisation, appelé aussi méthode inverse comme en analytique, permet d'identifier des paramètres inconnus par comparaison avec des résultats expérimentaux. Il est très facile de retrouver dans la littérature des titres très alléchants sur le sujet mais rares sont ceux qui traitent effectivement d'une identification à partir d'un modèle numérique prenant en compte toutes les équations de transfert. Il s'agit généralement pour la plupart des résolutions numériques des équations de transferts avec autant de simplifications que dans les cas de résolutions analytiques. Ainsi, si ce n'est pas le couplage chaleur-masse qui est négligé, c'est plutôt la résistance aux transferts externes. Cependant, Les travaux de Barnard et Quintero-Ramos 1998; Dietl et al. 1998; Liu et al. 1999 et Koc et al. 2003 constituent les rares exemples traitant effectivement du sujet. Pour ces auteurs, la diffusivité massique est souvent introduite dans les équations comme une constante (Barnard et Quintero-Ramos 1998; Liu et al. 1999) ou une fonction paramétrique de la teneur en eau locale et de la température ou d'autres propriétés physiques si nécessaires (Dietl et al. 1998; Koc et al. 2003). L'ensemble des équations est résolu numériquement. Ce qui aboutit aux données de sortie de teneur en eau moyenne et ou de températures de l'échantillon aux instants spécifiés. Les valeurs numériques ainsi trouvées sont comparées aux valeurs expérimentales, prises aux même instants, au moyen du critère des moindres carrés ou d'autres critères statistiques. Une procédure de minimisation de ce critère est enfin nécessaire pour trouver les valeurs finales estimées des paramètres inconnus (*Figure 1-6*)



Figure 1-6 : Schéma de synthèse d'un processus d'identification numérique d'un paramètre physique par méthode inverse.

Concernant les différentes méthodes de résolutions numériques rencontrées, certains scientifiques utilisent la méthode des «différences finies», d'autres préfèrent celle des «éléments finis». Toutefois, la méthode la mieux adaptée aux transferts couplés en milieux poreux reste celle des «volumes finis» développée par Patankar (1980). A titre d'exemple, cette dernière a été utilisée par Perré (1992) pour mettre au point le code de calcul *TransPore* (Transferts couplés de chaleur et de masses en milieu Poreux). Ce code, permet la simulation des transferts couplés en milieux poreux. Il existe en plusieurs versions (1-D, 2-D, 3-D). La version 1-D, à laquelle nous avons eu recours dans le cadre de ce travail, sera présentée dans le chapitre 2. Comme nous le verrons, cette version 1-D du code TransPore a été actualisée et adaptée à nos conditions de travail. Les temps de calcul très faibles (≈ 0.1s) en font un outil particulièrement efficace lors de l'identification du paramètre de diffusion massique.

Conclusion

De toutes les propriétés physiques de transfert dans le bois, la diffusivité massique reste un des paramètres physiques les plus difficiles à mesurer. Ces difficultés sont, non seulement dues aux protocoles expérimentaux, mais aussi à la formulation théorique nécessaire pour la détermination de sa valeur. Cependant, des améliorations significatives ont été apportées par le travail d'une communauté de chercheurs aussi bien dans le domaine des techniques expérimentales que dans celui de la théorie, tout particulièrement avec l'essor de la simulation numérique.

A défaut de résoudre tous les problèmes auxquels sont confrontés les scientifiques, les méthodes numériques restent cependant un outil puissant à leur disposition. Toutefois, cet outil ne doit pas être surestimé. Car, les solutions numériques peuvent prédire des paramètres physiques avec des précisions et des vitesses de calcul extraordinaires, mais elles ne sont pas infaillibles quant à la fiabilité de la solution. En effet, la qualité du modèle physique sur lequel sera élaboré le code de calcul, reste à l'appréciation du chercheur qui devra valider son travail de simulation par une campagne expérimentale pertinente.

Dans cet esprit, l'objectif poursuivi dans le cadre de ce travail est de proposer de nouvelles techniques de mesure, qui associent expérimentation et calcul numérique. Rappelons que ces méthodes devront être à la fois, rapides et fiables. Les prochains chapitres seront donc consacrés au développement de ces nouvelles techniques

Références bibliographiques

Agoua, E. (2001). "Diffusivité et perméabilité du bois : validation de méthodologies expérimentales et prise en compte de paramètres morphologiques simples pour la modélisation physique", Thèse: Sciences Forestières et du Bois, Ecole Nationale du Génie Rural des Eaux et des Forêts, Nancy. 173 p.

Agoua, E., Zohoun, S. et Perre, P. (2001). "Utilisation d'une double enceinte pour déterminer le coefficient de diffusion d'eau liée dans le bois en régime transitoire: recours a la

simulation numérique pour valider la méthode d'identification", International Journal of Heat and Mass Transfer, **44**(19), p. 3731-3744.

Barnard, J. et Quintero-Ramos, A. (1998). "Estimation of diffusivity using S-PLUS". Technical Report 22: New York State Agricultural Experiment Station. Geneva, New York. 11 p.

Bramhall, G. (1995). "Diffusion and the drying of wood", Wood Science and Technology, **29**(3), p. 209-215.

Chen, Y., Choong, E. T. et Wetzel, D. M. (1994). "Optimum average diffusion coefficient: an objective index in description of wood drying data", Wood and Fiber Science, **26**(3), p. 412-420.

Chen, Z., Wengert, E. M. et Lamb, F. M. (1994). "A technique to electrically measure the moisture content of wood above fiber saturation", Forest Products Journal, **44**(9), p. 57-62.

Comstock, G. L. (1963). "Moisture diffusion coefficients in wood as calculated from adsorption, desorption, and steady state data", Forest Product Journal, p. 96-103.

Crank, J. (1975)."The mathematics of diffusion", 2nd ed, Oxford. Oxford University Press. 414 p.

Danko, P. (1994). "Microwave method for the measurement of wood moisture content", Drevarsky Vyskum, **39**(4), p. 35-43.

Davis, J. R., Ilic, J. et Wells, P. (1993). "Moisture content in drying wood using direct scanning gamma-ray densitometry", Wood and Fiber Science, **25**(2), p. 153-162.

Dietl, C., Winter, E. R. F. et Viskanta, R. (1998). "An efficient simulation of the heat and mass transfer processes during drying of capillary porous, hygroscopic materials", International Journal of Heat and Mass transfer, **41** p. 3611-3625.
Dincer, I. et Dost, S. (1996). "Determination of moisture diffusivities and moisture transfer coefficients for wooden slabs subject to drying", Wood Science and Technology, **30**(4), p. 245-251.

Duk, L. P., Ivanov, V. A., Krot, A. R., Sokolov, V. V. et Yakovets, Y. A. (2001). "Optimization of drying speed in vacuum-convection kilns for drying wood", Derevoobrabatyvayushchaya Promyshlennost', **5** p. 9-11.

El-Kouali, M., Bouzon, J. et Vergnaud, J. M. (1992). "Process of absorption and desorption of water in a wood board, with 3-dimensional transport beyond the FSP", Wood Science and Technology, **26**(4), p. 307-321.

Fauchon, T. (2000). "Wood moisture content: how to measure it before processing", Informations Forets, Afocel, **618** p. 6.

Fick, A. (1855). "Ueber Diffusion", Annalen der Physik, 170 p. 59-86.

Guzenda, R., Olek, W. et Baranowska, H. M. (2000)."Identification of free and bound water content in wood by means of NMR relaxometry", 12th International Symposium on Nondestructive Testing of Wood, Sopron, Hungary.

Hukka, A. et Oksanen, O. (1999). "Convective mass transfer coefficient at wooden surface in jet drying of veneer", Holzforschung, **53**(2), p. 204-208.

Hunter, A. J. (1996). "Wood drying and Fick's second law", Wood Science and Technology, **30**(5), p. 355-359.

Hunter, A. J. (2001). "An analytic model for air drying of impermeable wood", Wood Science and Technology, **34**(6), p. 481-492.

Koc, P. et Houska, M. (2002). "Characterization of the sorptive properties of spruce wood by the inverse identification method", Holz als Roh- und Werkstoff, **60**(4), p. 265-270.

Koc, P., Houska, M. et Stok, B. (2003). "Computer aided identification of the moisture transport parameters in spruce wood", Holzforschung, **57**(5), p. 533-538.

Künzel, H. M. et Holm, A., "WUFI : Wärme-Und Feuchtetransports Instationär in bauteilen mit einfachen kennwerten" (Fraunhofer Institut Bauphysik, Stuttgart, 1994). Computer Program

Langrish, T. A. G. et Bohm, N. (1997). "An experimental assessment of driving forces for drying in hardwoods", Wood Science and Technology, **31**(6), p. 415-422.

Li, D. (1997). "Unsteady-state moisture transfer on wood drying of Pinus massoniana", Journal of Nanjing Forestry University, **21**(1), p. 75-79.

Liu, J. Y., Simpson, W. T. et Verrill, S. P. (1999)."An inverse moisture diffusion algorithm for the determination of diffusion coefficient", 33th ASME National Heat Transfer Conference, Albuquerque, New Mexico.

Martley, J. F. (1926a). "Moisture movement through wood: the steady state". Dep. Sci. Res, Forest Prod. Res. London.

Martley, J. F. (1926b). "Moisture movement in wood. The transfer of moisture between two discs of wood", Ann. Appl. Biol., p. 37-54.

Medved, S., Budnar, M. et Pirkmaier, S. (1998). "Measuring moisture profiles of particleboards by means of X-rays", Holzforschung und Holzverwertung, **50**(1), p. 7-10.

Mehlhorn, L. et Plinke, B. (1990). "The status of moisture measurement in solid wood", Holz-Zentralblatt, **116**(120), p. 1837-1838.

Minamisawa, A. et Ozawa, A. (1994). "Measurement of moisture diffusivity in woods using ultrasounds", Mokuzai Gakkaishi, Journal of the Japan Wood Research Society, **40**(10), p. 1052-1058.

Mouchot, N. (2002). "Etude expérimentale et modélisation des transports diffusionnels de l'eau dans le domaine hygroscopique des bois de hêtre et d'épicéa", Thèse: Sciences et Technologies Industrielles, Université Henri Poincaré Nancy 1, Nancy. 140 p.

Mouchot, N. et Zoulalian, A. (2002). "Longitudinal permeability and diffusivity of steam in beech wood determined with a Wicke-Kallenbach-cell", Holzforschung, **56**(3), p. 318-326.

Nakada, R., Fujisawa, Y. et Hirakawa, Y. (1999). "Soft X-ray observation of water distribution in the stem of Cryptomeria japonica D. Don I: general description of water distribution", Journal of Wood Science, **45**(3), p. 188-193.

Nakada, R., Fujisawa, Y. et Hirakawa, Y. (1999). "Soft X-ray observation of water distribution in the stem of Cryptomeria japonica D. Don II: types found in wet-area distribution patterns in transverse sections of the stem", Journal of Wood Science, **45**(3), p. 194-199.

Norberg, P. (1999). "Monitoring wood moisture content using the WETCORR method. Part 1: background and theoretical considerations", Holz als Roh- und Werkstoff, **57**(6), p. 448-453.

Norberg, P. (2000). "Monitoring wood moisture content using the WETCORR method: part 2: calibration and validation", Holz als Roh- und Werkstoff, **58**(3), p. 129-134.

Pang, S. (1997). "Relationship between a diffusion model and a transport model for softwood drying", Wood and Fiber Science, **29**(1), p. 58-67.

Pang, S. et Wiberg, P. (1998). "Model predicted and CT scanned moisture distributed in a Pinus radiata board during drying", Holz als Roh- und Werkstoff, **56**(1), p. 9-14.

Park, J. et Smith, W. B. (1996). "Estimations of moisture profiles during wood drying using an unsteady-state diffusion model (II). Experimental verification for red oak", Mogjae Gonghak, Journal of the Korean Wood Science and Technology, **24**(3), p. 37-44.

Patankar, S. V. (1980)."Numerical heat transfer and fluid flow", Washington. Hemisphere Pub. 196 p.

Peralta, P. N. et Bangi, A. P. (2003). "A nonlinear regression technique for calculating the average diffusion coefficient of wood during drying", Wood and Fiber Science, **35**(3), p. 401-408.

Perré, P. (1992). "Transferts couplés en milieux poreux non-saturés: possibilités et limitations de la formulation macroscopique", Habilitation à diriger des recherches, Institut National Polytechnique de Lorraine, Nancy. 223 p.

Perré, P. (1993)."Le séchage du bois", Cours de DEA, Nancy. Ecole Nationale du Génie Rural, des Eaux et des Forêts. 96 p.

Perré, P. et Turner, I. W. (1999). "A 3-D version of *TransPore*: a comprehensive heat and mass transfer computational model for simulating the drying of porous media", International Journal of Heat and Mass Transfer, **42** p. 4501-4521.

Petutschnigg, A. J., Flach, M. et Katz, H. (2002). "Decay recognition for spruce in CT-Images", Holz als Roh- und Werkstoff, **60**(3), p. 219-223.

Rosenkilde, A. et Arfvidsson, J. (1997). "Measurement and evaluation of moisture transport coefficients during drying of wood", Holzforschung, **51**(4), p. 372-380.

Rosenkilde, A. et Soderstrom, O. (1996). "Measurements of moisture transport coefficients in wood during drying", Rapport - Institutet for Trateknisk Forskning, 6 p.

Santini, E. J. (1998). "Moisture content estimation from electrical resistance measurement of Pinus elliottii wood during kiln drying", Revista Arvore, **22**(2), p. 271-277.

Santini, E. J., Matos, J. L. M. d. et Scarabelot, F. E. (1998). "Control of the wood drying process", Ciencia Florestal, **8**(1), p. 141-151.

Siau, J. F. (1984)."Transport processes in wood", Berlin. Springer-Verlag. 245 p.

Simpson, W. T. et Liu, J. Y. (1997). "An optimization technique to determine red oak surface and internal moisture transfer coefficients during drying", Wood and Fiber Science, **29**(4), p. 312-318.

Skaar, C. (1988)."Wood-water relations", New York. Springer-Verlag. 262 p.

Souza, M. E. d. P. et Nebra, S. A. (2000). "Heat and mass transfer model in wood chip drying", Wood and Fiber Science, **32**(2), p. 153-163.

Stamm, A. J. (1927). "The electrical resistance of wood as a measure of its moisture content", Ind Eng Chem, **19**(9), p. 1021-1025.

Wadso, L. (1993). "Studies of water vapor transport and sorption in wood", Doctoral Dissertation, Lund University, Lund. 102 p.

Wadso, L. (1994). "Unsteady-state water vapor adsorption in wood : an experimental study", Wood and Fiber Science, **26**(1), p. 36-50.

Wenk, M. (1992). "Wood moisture content in felled Scots pine trees as a function of various factors", Beitrage fur Forstwirtschaft und Landschaftsokologie, **26**(3-4), p. 79-81.

Wiberg, P. et Moren, T. J. (1999). "Moisture flux determination in wood during drying above fiber saturation point using CT-scanning and digital image processing", Holz als Rohund Werkstoff, **57**(2), p. 137-144.

Zhou, Y. (2000). "The measurement of wood moisture content and analysis of its influencing factors", China Wood Industry, **14**(5), p. 29-30.

Zogzas, N. P., Maroulis, Z. B. et Marinos-Kouris, D. (1994). "Moisture diffusivity -Methods of experimental determination - A review", Drying Technology, **12**(3), p. 483-515.

Zohoun, S. (1998). "Détermination de la diffusivité massique dans le domaine hygroscopique du bois: comparaison des mesure en régimes permanent et transitoire", Thèse: Mécanique et énergétique, Institut National Polytechnique Lorraine, Nancy. 110 p.

Chapitre 2 :

Méthode inverse de détermination de la diffusivité massique :

suivi de la teneur en eau par pesée

2. Méthode inverse de détermination de la diffusivité massique : suivi de la teneur en eau par pesée.

Introduction

La plupart des méthodes de mesures de la diffusivité massique en régime transitoire est généralement basée sur la technique expérimentale de pesée successive ou de gravimétrie. La mise en œuvre de cette technique est exigeante du point de vue expérimental. Mais la possibilité d'utiliser dans une procédure d'identification l'outil numérique permet de réduire considérablement ces exigences expérimentales.

La méthode inverse est une technique indirecte de détermination de paramètres constituée de trois étapes : l'expérimentation, la théorie et la minimisation de la fonction objective qui représente l'écart entre l'expérimentation et la théorie.

Le principal avantage de cette méthode se trouve dans la rigueur d'interprétation des données expérimentales. En effet, elle est caractérisée par la prise en compte des résistances aux transferts de masse et de chaleur sur les faces d'échanges, du couplage chaleur-masse et surtout des conditions réelles subies par les échantillons.

L'objectif poursuivi dans ce chapitre est de présenter chacune de ces trois étapes de la méthode et quelques résultats d'identification.

2.1. Schéma de synthèse de la méthode inverse

La méthode inverse de détermination du coefficient de diffusion est regroupée et représentée sur la *figure 2-1*. Les trois principales étapes de la méthode y figurent. La définition de la fonction objective, partie centrale du schéma, permet d'évaluer l'écart entre les données expérimentales et celles simulées par le code *TransPore*. Les conditions réelles subies par les échantillons sont mesurées et injectées dans le code de simulation. Les paramètres recherchés

sont estimés et introduits également dans le code. Au cas où l'écart ne serait pas minimal, de nouveaux «paramètres estimés » sont générés par l'algorithme du Simplex. Le cycle continue jusqu'à l'obtention du minimum.



Figure 2-1: Schéma du principe d'identification par méthode inverse.

2.2. Expérimentation

L'expérimentation est basée sur le suivi de l'humidité et des conditions environnementales réelles d'un échantillon de bois par leurs mesures respectives. Un dispositif adapté aux mesures transitoires permet d'équilibrer l'échantillon dans des conditions stables puis de le soumettre très rapidement à un échelon parfait d'humidité relative.

2.2.1. Dispositif expérimental

Le dispositif expérimental (*Figure 2-2*) est le même que celui utilisé par Zohoun (1998), (Agoua *et al.* 2001) et Mouchot (2002) pour leurs mesures de diffusivité massique du bois en régime transitoire. Globalement, il est constitué de deux enceintes climatiques maintenues à la température constante de 35°C. L'humidité relative de l'air est régulée en contrôlant la température d'une nappe d'eau dans un bac via un cryothermostat. En effet, un simple réglage de la température de l'eau du bac qui correspond à la température de rosée de l'air, permet d'obtenir l'humidité relative désirée. Un ventilateur permet d'uniformiser l'humidité relative dans l'enceinte de chaque étuve.

Les deux étuves sont reliées par un sas hermétiquement fermé. Ce sas permet de faire passer les échantillons d'une enceinte à l'autre.

Une balance électronique est placée en permanence à l'intérieur de chaque étuve. L'une permet de suivre l'évolution de la masse de l'échantillon et l'autre, de vérifier son équilibre hygroscopique. Afin d'éviter la perturbation des mesures par les mouvements d'air dans l'enceinte, la balance est équipée d'un cadre dont toutes les faces latérales sont fermées. L'ouverture de la face supérieure du cadre permet de mettre l'échantillon en contact avec l'ambiance de l'étuve.

Les conditions environnementales réelles de l'échantillon sont mesurées à l'aide d'un capteur d'humidité relative et de température placé au voisinage de la surface d'échange des échantillons. Ces conditions environnementales sont enregistrées grâce à une centrale d'acquisition reliée à la sonde platine par le biais d'une carte d'acquisition. La balance et la centrale d'acquisition sont reliées directement à l'ordinateur par des liaisons RS-232. Les deux unités de mesures sont pilotées par des logiciels développés au laboratoire en *Visual Basic* et en *Turbo Pascal*.



Figure 2-2 : Photo des deux étuves.

2.2.2. Préparation des échantillons et protocole expérimental

Préparation des échantillons

La préparation des échantillons ne nécessite pas de gros moyens. En effet, les échantillons ont été découpés dans les directions radiales et tangentielles du bois et suivant les dimensions : $100 \times 50 \times 5$ mm³ environ. Les faces latérales sont recouvertes d'une mince couche de résine afin de limiter la diffusion à la seule direction voulue c'est-à-dire selon l'épaisseur. Les échantillons de forme cylindrique peuvent être aussi utilisés.

Protocole expérimental

L'une des enceintes abrite les échantillons pendant le temps requis pour atteindre l'équilibre hygroscopique. La stabilisation de la masse d'un échantillon témoin placé sur la balance permet de constater cet équilibre. Lorsque l'équilibre est atteint, l'échantillon est passé à travers le sas sur la balance de la seconde étuve où la pesée est effectuée en continu. Au bout d'un ou de deux jours, même si la stabilisation de la masse de l'échantillon n'est pas atteinte, les données recueillies sont suffisantes pour l'extraction du coefficient de diffusion. Ceci est dû à l'utilisation du code numérique pour l'analyse des données expérimentales. Un autre échantillon peut alors passer sur la balance.

L'humidité relative des étuves est fixée volontairement en fonction du sens de diffusion (absorption ou désorption) et de l'amplitude de l'écart d'humidité désiré. Si l'on souhaite par exemple faire des mesures en absorption, l'étuve de stabilisation des échantillons est fixée à une humidité relative la plus faible.

2.2.3. Exemple de mesure

Un exemple de mesure effectuée sur un échantillon de bois de hêtre est représenté sur la *figure 2-3*. Il s'agit d'un test en absorption. L'échantillon a été saturé à environ 30% d'humidité relative puis passé à un échelon d'humidité relative d'environ 70%. L'évolution de la masse de l'échantillon montre effectivement une absorption de la vapeur d'eau. La régularité des valeurs de l'humidité relative montre la qualité d'étanchéité de l'étuve nécessaire pour la fiabilité des mesures.



Figure 2-3 : Un exemple de mesure effectuée sur un échantillon du bois de hêtre en direction radiale.

2.3. Présentation du code de simulation *TransPore*

Le code *TransPore* (Transferts couplés en milieux Poreux) a été développé par Perré. Ce code permet les simulations numériques des transferts couplés de chaleur et de masse en

milieux poreux. Il résout un ensemble d'équations macroscopiques inhérent à ce type de transferts. Ce jeu d'équations prend en compte :

les transferts internes de chaleur et de masse ;

les résistances au niveau de la couche limite (coefficients de chaleur et de masse);

les conditions extérieures effectivement subies par l'échantillon.

Nous avons jugé inutile de rappeler ces équations qui sont bien détaillées dans les travaux de Perré (1992). Plusieurs versions de ce code existent : de 1-D à 3-D, avec des maillages structurés et non structurés (Perré 1992; Perré *et al.* 1999). Dans le cadre de notre travail, nous avons utilisé la version 1-D pour sa rapidité (environ 1/10 de seconde pour une simulation complète sur un ordinateur « Pentium 4 » à 3Ghz).

Le code s'appuie sur la méthode des volumes finis. Cette procédure consiste à intégrer les équations microscopiques sur un volume élémentaire représentatif (VER) ou volume de contrôle entourant un point donné de l'échantillon. Le VER doit être à la fois grand par rapport à la taille des pores et petit par rapport aux variations macroscopiques. La valeur macroscopique d'une grandeur physique en un point de l'échantillon est définie comme la moyenne de celle-ci dans le VER centré au point géométrique. Deux moyennes peuvent être calculées pour l'homogénéisation : la moyenne globale sur le volume total du milieu ou la moyenne intrinsèque à chaque phase du milieu poreux (liquide, solide, gazeux). Cette simulation en version 1-D permet de connaître les profils des trois variables d'état (teneur en eau, température et pression gazeuse totale) à différents instants. L'évolution de la masse de l'échantillon est calculée, au cours du temps, à partir du profil de teneur en eau :

$$m_{cal}(t) = m_{sèche} \times \left[\overline{X}(t) + 1\right] + m_{résine}$$
(2 - 1)

avec :

$$\overline{\mathbf{X}}(t) = \frac{\sum_{j=1}^{m} \mathbf{V}_{j} \times \mathbf{X}(t, j)}{\sum_{j=1}^{m} \mathbf{V}_{j}}$$
(2 - 2)

j : le numéro du volume élémentaire représentatif (VER)

m : le nombre total de VER pour tout l'échantillon

m_{cal}(t) : la masse totale de l'échantillon prédite par le code TransPore à un instant t

m_{sèche} : la masse sèche de l'échantillon

m_{résine} : la masse de résine appliquée à l'échantillon

X(t,j) : la teneur en eau du VER j prédite par le code TransPore à un instant t

V_i: le VER de numéro j.

Pour toute simulation, *TransPore* a besoin de plusieurs paramètres d'entrée pour son alimentation.

Paramètres physiques intrinsèques de l'échantillon

Ce sont très souvent des paramètres physiques mesurés ou provenant de la littérature scientifique : il s'agit de la perméabilité gazeuse fixée à 10^{-16} m² pour toutes les essences (paramètre peu sensible dans le domaine hygroscopique à basse température), de l'épaisseur de l'échantillon, de l'infra densité et de la porosité.

Conditions initiales et aux limites

Les conditions initiales sont déterminées par la température (T_{ini}) et la teneur en eau (X_{ini}) d'équilibre de l'échantillon au début de l'essai. La première grandeur est mesurée alors que la seconde est estimée via l'isotherme de sorption.

Les conditions aux limites aux deux faces d'échanges de l'échantillon sont déterminées par, les températures sèche et de rosée dans l'étuve qui sont mesurées via le capteur d'humidité relative et de température, la pression qui est supposée égale à la pression atmosphérique et les coefficients d'échanges thermique et massique dont les valeurs sont fixées en fonction de la vitesse de l'air dans l'enceinte. Pour nos essais, le coefficient d'échange thermique a été fixé à 12 W.m^{-2} .°C⁻¹ tandis que celui d'échange massique est fixé à $1.2 \text{ 10}^{-2} \text{ m/s}$. Ces valeurs ont été adoptées en raison de la faible vitesse de l'air dans l'étuve et de la relation qui lie les deux paramètres à travers l'analogie chaleur-masse (Perré 1993).

2.4. Fonction objective et sa minimisation

La troisième étape du processus d'évaluation de la diffusivité massique par méthode inverse est la définition et la minimisation de la fonction objective. Cette dernière exprime l'écart entre la masse mesurée et celle prédite par le code *TransPore*. La minimisation de la fonction objective est enfin nécessaire pour l'identification du coefficient de diffusion.

2.4.1. Fonction objective

La norme L^2 permet de définir la fonction objective δ . Elle se définit à partir de la somme des carrés des écarts entre la masse mesurée m_{exp} et celle simulée m_{cal} :

$$\delta(D, X_{ini}, m_{seche}, m_{resine}) = \frac{1}{n} \times \sqrt{\sum_{i=1}^{n} [m_{cal}(i) - m_{exp}(i)]^2}$$
(2 - 3)

 $m_{cal}(i)$: la i^{eme} masse mesurée par la balance,

m_{exp}(i) : la i^{eme} masse prédite par le code *TransPore*

i: le numéro de mesure,

n : le nombre total de mesures.

A chaque indice i, correspond un temps auquel la i^{eme} mesure est effectuée.

2.4.2. Algorithme du *Simplex*

La minimisation de la fonction objective permet de réduire l'écart entre les courbes expérimentales et théoriques par l'ajustement de certains paramètres sensibles. Dans notre cas, les paramètres à minimiser sont : la masse de résine ($m_{résine}$), la masse sèche ($m_{sèche}$) de l'échantillon, l'humidité initiale (X_{ini}) et le coefficient de diffusion D. Les deux premières grandeurs physiques sont explicitement définies dans la fonction objective alors que les deux dernières sont définies dans le code *TransPore*. Le choix de ces paramètres identifiés permet de laisser libres des paramètres mal connus et importants pour la valeur de la fonction objective. De cette liste de paramètres, seul le coefficient de diffusion, D, correspond au résultat recherché.

Plusieurs méthodes de minimisation ont été développées dans la littérature. Elles s'appliquent aux fonctions à une ou plusieurs variables. Parmi celles-ci, on peut citer : la minimisation par encadrements successifs, par descente de gradient, par gradient conjugué, etc. Ces différentes méthodes peuvent être trouvées dans le livre « *Numerical Recipes »* (Press *et al.* 1992).

Dans le cas de notre étude, l'algorithme du *«Simplex»*, appelé *«Downhill simplex method »* dû à Nelder *et al.* (1965), qui s'applique aux fonctions à plusieurs variables, est le plus adapté. En effet, contrairement aux autres algorithmes, aucune dérivation de fonction n'est nécessaire, ce qui est beaucoup moins contraignant quant à la régularité de cette dernière. Cette méthode du *Simplex* consiste à considérer une figure géométrique composée, en dimension n, de (n+1) points, de leurs segments d'interconnexion, de leurs faces polygonales, etc. Il s'agit généralement d'un polyèdre à (n+1) sommets appelé simplexe. A chaque itération, on recherche un nouveau simplexe permettant de se rapprocher du minimum de la fonction objective. En dimension 2, c'est-à-dire pour n = 2, le simplexe est un triangle et si n = 3, il est un tétraèdre non nécessairement régulier. En règle générale, on s'intéresse uniquement aux figures géométriques non dégénérées, c'est-à-dire, celles qui renferment un volume intérieur fini.

Concrètement, on considère s_i (i variant de 0 à n), les coordonnées des sommets S_i du simplexe et $f(s_i)$, les valeurs de la fonction objective en chacun de ses points. Si nous supposons que les s_i sont ordonnés de telle manière que :

$$f(s_0) \le f(s_1) \le \dots \le f(s_n) \tag{2-4}$$

Alors, S_0 est le point qui minimise la fonction et S_n , le point le plus éloigné du minimum. L'objectif étant d'être très loin de ce dernier point, le minimum est recherché sur la droite reliant le sommet S_n et le centre C de la face du polyèdre qui lui est opposé. Plusieurs étapes sont ensuite nécessaires pour l'optimisation des n variables.

On commence par le point P_0 symétrique de S_n par rapport au point C. Les coordonnées p_0 de ce point sont données par :

$$p_0 = c + (c - s_n) = 2c - s_n$$
 (2 - 5)

Avec c et s_n , les coordonnées respectives des points C et S_n .

Si $f(p_0) < f(s_0)$, on essaye d'aller plus loin dans cette direction en choisissant par exemple le point P₁ tel que :

$$p_1 = c + \gamma(c - s_n) \qquad \gamma > 1 \tag{2-6}$$

Deux cas de figure peuvent alors se présenter :

Si $f(p_1) \le f(p_0)$, on remplace le point S_n par P_1 . C'est l'expansion du simplexe.



Expansion du simplexe

Le cas échéant, on remplace S_n par P_0 . Il s'agit ici de la réflexion du simplexe.



Réflexion du simplexe

Si $f(p_0) > f(s_0)$, on essaye les points P_2 et P_3 situés de part et d'autres de C et à mi-chemin entre C et P_0 et entre S_n et C. ces points sont représentés par :

$$p_2 = c + \frac{1}{2}(c - s_n)$$
 et $p_3 = c - \frac{1}{2}(c - s_n)$ (2 - 7)

Ici également, on peut être confronté à deux cas de figure :

Si $f(p_2) < f(s_{n-1})$, alors S_n est substitué par P_2 ou P_3 . C'est la contraction du simplexe.





Autrement, on réduit le simplexe en gardant le point S_0 (théoriquement proche du minimum) et en remplaçant tous les autres points S_i par les milieux des segments $\overline{S_0S_i}$. C'est le rétrécissement du simplexe.



Rétrécissement du simplexe

Enfin, les différents points obtenus sont réordonnés et les étapes précédentes sont recommencées jusqu'à ce que les dimensions du simplexe soient suffisamment petites.

Cet algorithme du S*implex* permet d'évaluer les valeurs optimales des variables qui minimisent la fonction objective. Ainsi, chaque simulation de δ nécessite une simulation complète de l'expérience à l'aide de *TransPore*, pour un jeu de paramètres m_{sèche}, m_{résine}, X_{ini}

et D. Les simulations vont continuer jusqu'à l'obtention de la valeur minimale de δ et à ce minimum, les valeurs de D et des autres paramètres sont identifiées. Toutefois, les risques d'identification de minima locaux sont grands. Le choix efficace du point de départ P₀ ainsi que le contrôle de l'accord entre la masse mesurée et celle identifiée au minimum de la fonction objective permettent de vérifier la pertinence des résultats obtenus. Un redémarrage de l'algorithme à partir d'un simplexe de grande taille, centrée sur le minimum obtenu, permet aussi de s'affranchir des minima locaux. Au total, toute la procédure d'identification dure moins d'une minute par échantillon. De même l'utilisation des conditions réelles d'expérimentation et de l'algorithme de minimisation donnent une fiabilité certaine aux paramètres identifiés. Ne perdons pas de vue que l'objectif ultime de cette étude est de déterminer la valeur du coefficient de diffusion massique D. Les autres paramètres, bien que très utiles, restent des données secondaires par rapport au coefficient D.

Etude de l'effet de la durée expérimentale sur le coefficient de diffusion identifié

Afin de s'assurer que la durée de 24h fixée par test est suffisante pour une identification fiable, nous avons réalisé sur du bois de hêtre, en direction radiale, un test de 36 heures. Les coefficients de diffusion identifiés pour différentes durées expérimentales restent presque constants entre 15 et 36 heures (*Figure 2-4*) Ce résultat montre qu'une durée minimale de 15 heures peut même être suffisante pour valider un test. Ce qui constitue un gain additionnel en temps d'expérience. Un tel progrès ne pouvait se réaliser sans l'utilisation de l'outil numérique. Notons que ce résultat très important pour la suite sera un critère supplémentaire pour la validation des données expérimentales en vue d'une identification fiable du coefficient de diffusion massique.



Figure 2-4 : Coefficients de diffusions identifiés pour différentes durées expérimentales d'identification de D dans le cas de la méthode de pesée.

2.6. Quelques exemples d'identification

Des mesures ont été effectuées en absorption sur quelques essences (amarante, ipé, châtaignier et hêtre). En effet, pour chacune des essences, deux échantillons ont été prélevés, côte à côte, sur la même génératrice et suivant chaque direction (radiale et tangentielle). Ces deux échantillons sont numérotés 1 et 2 par essence (*Figure 2-5*).



Figure 2-5 : Schéma du découpage des échantillons.

Tous les échantillons ont été conditionnés dans la première étuve à 30% d'humidité relative puis, passés un à un, à 70% d'humidité relative, comme le préconise le protocole expérimental. L'accord parfait entre la masse mesurée et celle simulée, aux valeurs optimales des paramètres identifiés et plus spécifiquement du coefficient de diffusion, est observable sur les *figures 2-6, 2-7, 2-8, 2-9, 2-10*. Les premières mesures qui font apparaître les perturbations dues à l'opérateur lors de la pose de l'échantillon sur la balance ont été enlevées et ne sont pas prises en compte par la fonction objective. C'est la raison pour laquelle l'origine des courbes ne se trouve pas à 0 seconde. Le *tableau 1* présente les résultats obtenus par essence, pour chaque échantillon et suivant les directions radiale (R) et tangentielle (T). La similitude des valeurs de coefficient de diffusion obtenues pour chacun des deux échantillons, pris côte à côte, confirme la fiabilité de la méthode utilisée. Toutefois, ces résultats montrent la variabilité très poussée du bois dont les caractéristiques peuvent changer sévèrement d'un échantillon à l'autre, même s'ils sont prélevés sur la même génératrice.



Figure 2-6 : Masses mesurée et simulée à la valeur optimale du coefficient de diffusion identifié pour l'amarante 1 en direction tangentielle.



Figure 2-7 : Masse mesurée et masse simulée à la valeur optimale du coefficient de diffusion identifié pour l'amarante 2 en direction tangentielle.



Figure 2-8 : Masse mesurée et masse simulée à la valeur optimale du coefficient de diffusion identifié pour l'amarante 1 en radiale.



Figure 2-9 : Masse mesurée et masse simulée à la valeur optimale du coefficient de diffusion identifié pour l'amarante 2 en radiale.



Figure 2-10 : Masse mesurée et masse simulée à la valeur optimale du coefficient de diffusion identifié pour le hêtre 1 en radiale.



Figure 2-11 : Masse mesurée et masse simulée à la valeur optimale du coefficient de diffusion identifié pour le hêtre 2 en radiale.

Tableau 2-1: Coefficients de diffusions comparée de deux échantillons prélevés côte à côtedes essences testées

	D.10 ¹⁰ (m ² .s ⁻¹)							
	Amarante		lpé		châtaignier		hêtre	
Direction	Т	R	Т	R	Т	R	Т	R
Echantillon 1	1.00	1.90	0.47	0.58	0.85	1.11	0.57	1.36
Echantillon 2	0.82	2.00	0.41	0.56	1.05	0.99	0.48	1.30

2.7. Avantage de la méthode inverse

La méthode inverse utilisée et appliquée aux tests gravimétriques se distinguent des anciennes méthodes (analytiques ou numériques) au niveau de plusieurs points :

la simulation se fait à l'aide d'un code de calcul qui prend en compte le couplage des transferts thermiques et massiques ainsi que les conditions réelles de l'expérimentation ;

- toujours grâce au code numérique, un temps minimum de 15 heures suffit pour tester un échantillon alors qu'il fallait au moins 10 jours pour un seul test avec les anciennes méthodes. Cependant, notons que le temps initial de stabilisation des échantillons peut être relativement long ;
- outre le déplacement de l'échantillon d'une étuve à une autre, aucune autre action de l'opérateur n'est nécessaire dans tout le processus d'identification.

Toutes ces distinctions confèrent à cette méthode des atouts majeurs : fiabilité, rapidité et mesure en routine.

Conclusion

Nous avons décrit, dans ce chapitre, une nouvelle méthode d'estimation du coefficient de diffusion. Cette méthode, contrairement à celles que nous avons énumérées dans le premier chapitre, permet de calculer de façon indirecte le coefficient de diffusion, d'où son nom de méthode inverse. Elle s'appuie sur une expérimentation originale et a déjà fait ses preuves en régime transitoire par méthodes analytiques. Le mode de calcul, basé sur le code *TransPore* et un algorithme de minimisation de l'écart entre l'expérience et la simulation, a permis d'une part de gagner en précision sur le coefficient de diffusion puis d'autre part, de réduire considérablement le temps de calcul et celui de l'expérience. Le parfait accord entre la masse calculée et celle mesurée permet d'apprécier l'efficacité de la méthode.

Références bibliographiques

Agoua, E., Zohoun, S. et Perre, P. (2001). "Utilisation d'une double enceinte pour déterminer le coefficient de diffusion d'eau liée dans le bois en régime transitoire: recours a la simulation numérique pour valider la méthode d'identification", International Journal of Heat and Mass Transfer, **44**(19), p. 3731-3744.

Mouchot, N. (2002). "Etude expérimentale et modélisation des transports diffusionnels de l'eau dans le domaine hygroscopique des bois de hêtre et d'épicéa", Thèse: Sciences et Technologies Industrielles, Université Henri Poincaré Nancy 1, Nancy. 140 p.

Nelder, J. A. et Mead, R. (1965). "Downhill simplex method", computer journal, 7 p. 308-313.

Perré, P. (1992). "Transferts couplés en milieux poreux non-saturés: possibilités et limitations de la formulation macroscopique", Habilitation à diriger des recherches, Institut National Polytechnique de Lorraine, Nancy. 223 p.

Perré, P. (1993)."Le séchage du bois", Cours de DEA, Nancy. Ecole Nationale du Génie Rural, des Eaux et des Forêts. 96 p.

Perré, P. et Turner, I. W. (1999). "A 3-D version of *TransPore*: a comprehensive heat and mass transfert computational model for simulating the dying of porous media", International Journal of Heat and Mass Transfer, **42** p. 4501-4521.

Press, W. H., Teukolsky, S. A., Vetterling, W. T. et Flannery, B. P. (1992)."Numerical Recipes in FORTRAN: The art of Scientific computing", 2nd, Cambridge. Cambridge University Press. 963 p.

Zohoun, S. (1998). "Détermination de la diffusivité massique dans le domaine hygroscopique du bois: comparaison des mesure en régimes permanent et transitoire", Thèse: Mécanique et énergétique, Institut National Polytechnique Lorraine, Nancy. 110 p.

Chapitre 3 :

Détermination de la diffusivité massique par mesure électrique : conception et mise en œuvre d'un dispositif de mesure en routine

Détermination de la diffusivité massique par mesure électrique : conception et mise en œuvre d'un dispositif de mesure en routine

Introduction

L'idée d'une méthode électrique (mesure de la résistance électrique au cours du temps) pour la mesure de la diffusivité massique dans le bois est née du constat que la détermination de ce paramètre reste toujours difficile malgré la panoplie de travaux effectués dans le domaine. Ce travail de thèse a pour ambition de pallier aux insuffisances inhérentes aux anciennes méthodes, surtout la lenteur et la fiabilité. En général, la méthode gravimétrique ou de pesée est la plus utilisée. Cette méthode exige un soin particulier lors de sa mise en œuvre et une intervention régulière de l'opérateur, d'où l'intérêt de cette nouvelle technique de mesure en routine, à la fois précise et rapide.

Le principe fondamental de cette méthode électrique repose sur le suivi de la teneur en eau via la résistance électrique du bois qui subit une variation brutale d'humidité relative dans une étuve maintenue à température constante de 35°C. Afin de bien analyser les mesures, la résistance électrique de l'échantillon et les conditions environnementales de l'étuve sont mesurées en temps réel.

Bien que la pratique de mesure de la résistance électrique du bois soit très répandue pour l'estimation de la teneur en eau (Acevedo Mallque *et al.* 1991; Chen *et al.* 1994; Faezipour *et al.* 1997; Sharma *et al.* 1997; Norberg 1999; Norberg 2000...), cette technique n'avait encore jamais été utilisée pour la détermination de la diffusivité massique.

Ce chapitre est consacré d'une part à la précision des objectifs de la méthode puis d'autre part à la description du dispositif expérimental et à la présentation de résultats expérimentaux obtenus pour certains échantillons de bois en absorption et en désorption.

3.1. Objectifs de la méthode

La lenteur et les difficultés inhérentes aux différentes méthodes de mesure de la diffusivité massique ont été largement abordées dans le premier chapitre. Elles constituent d'ailleurs les principales causes de l'état dans lequel se trouve la recherche dans ce domaine où aucune norme de mesure n'existe.

L'objectif principal de ce travail de thèse est la mise en œuvre d'un dispositif de mesure en routine de la diffusion de l'eau dans le bois, ce dispositif devant être à la fois rapide et fiable. La méthode à laquelle nous avons eu recours est celle du suivi de la teneur en eau du bois par la mesure de sa résistance électrique. Ce choix bénéficie surtout de la forte variation de la résistance électrique en fonction de la teneur en eau du bois.

L'autre objectif est d'assurer une fiabilité à nos mesures en analysant les résultats expérimentaux grâce au code numérique *TransPore* afin de prendre en compte les conditions réelles des échantillons, les résistances aux transferts de masse et de chaleur et surtout, le couplage chaleur-masse qui est toujours présent dans les phénomènes de transferts. Cette partie fera l'objet d'un développement plus ample dans le chapitre 4.

3.1.1. La rapidité de la méthode

Le gain en temps d'expérience ne s'est pas réalisé sur la durée de séjour de l'échantillon dans l'étuve mais plutôt sur le nombre d'échantillons traité pendant la même durée. En effet, le caractère rapide de cette méthode est dû au fait qu'il a été possible d'utiliser un système de multiplexage qui permet de mesurer plusieurs échantillons à la fois grâce à une seule unité de mesure. Le multiplexeur a été placé à l'interface de l'unité de mesure et des échantillons. Il permet, grâce à son système d'interrupteur, de fermer le circuit sur un échantillon afin de permettre le passage de courant électrique et la mesure de la résistance électrique de ce dernier. Contrairement à la méthode de pesée où un seul échantillon est testé par essai, le nombre d'échantillons pouvant être testé ici dépend de la capacité du multiplexeur. Dans le

cas de cette étude, nous avons utilisé un multiplexeur de 20 voies, donc la possibilité de mesurer 10 échantillons à la fois.

3.1.2. La fiabilité de la méthode

Il faut rappeler que, dans le cadre de cette étude, la résistance électrique des échantillons ainsi que leurs conditions environnementales réelles sont suivies de façon instantanée en temps réel ; ces conditions environnementales étant également bien contrôlées. Il faut aussi noter que la fiabilité d'une mesure provient de tout le système qui participe à sa réalisation. Dans notre cas, le choix de chaque appareil de mesure a été guidé par la qualité de sa précision et de sa reproductibilité. Ainsi :

pour la mesure de la résistance électrique, le mégohmmètre, dont les caractéristiques seront définies par la suite, a été préféré aux multimètres classiques à cause de la forte résistance électrique du bois qui peut avoisiner les $10^{14} \Omega$ à l'état sec, avec une géométrie d'électrodes classique ;

pour la mesure des conditions réelles subies par les échantillons, un capteur d'humidité relative et de température (*Figure 3-1*) de référence *Honeywell HIH-3602-C* a été utilisé. Ce capteur est précis à 2% en humidité relative et à 0.5°C en température. La qualité de réponse est visible sur la *figure 3-2*. Cette figure permet également de constater la qualité de stabilisation et de l'étanchéité de l'enceinte de mesure



Figure 3-1: Capteur d'humidité relative et de température (Honeywell HIH 3602-C).



Figure 3-2 : Un exemple de la qualité de réponse du capteur d'humidité relative et de température.

Toutefois l'analyse des données expérimentales par le code de calcul *TransPore* permet aussi de corriger certaines imperfections des méthodes antérieures et ainsi apporte une fiabilité certaine à notre méthode.

3.2. Dispositif expérimental

Le dispositif expérimental, mis au point au laboratoire, est composé de plusieurs éléments : une enceinte climatique, un mégohmmètre, un capteur d'humidité relative et de température, une centrale d'acquisition et un ordinateur. Concernant l'enceinte climatique, son fonctionnement est largement décrit dans le chapitre 2.



Figure 3-3 : Schéma d'ensemble du dispositif expérimental.

3.2.2. Le mégohmmètre

Le mégohmmètre est un appareil capable de mesurer de très grandes résistances électriques. Il est l'instrument de mesure principal du dispositif. Il a été préféré au multimètre classique en raison de sa grande précision et de la diversité de types de mesure offerte (intensité de courant, capacité électrique, etc).

Le mégohmmètre utilisé (*Figure 3-4*) est proposé par le groupe «*Agilent Technology* » avec la référence HP 4339B. Le schéma du fonctionnement électrique de l'appareil est

donné (*Figure 3-5*). La gamme de résistance accessible par cet appareil s'étend de 10^{-3} à 10^{10} M Ω . Pour couvrir une telle gamme de mesure de résistance, la tension test varie de 0.1 à 1000 V en courant continu. Ainsi, l'utilisateur a-t-il la possibilité de choisir la tension et le temps de stabilisation en fonction des caractéristiques du matériau à étudier. La précision de cet appareil peut atteindre 0.6%. De plus l'utilisation de ce mégohmmètre permet de réduire certains problèmes électriques, tels que l'électrolyse et la polarisation, inhérents à toutes mesures électriques en courant continu sur un matériau hygroscopique.



Figure 3-4: Photo du mégohmmètre



Figure 3-5: Schéma du fonctionnement électrique du mégohmmètre

La résistance R_x mesurée a pour formule :

$$R = \frac{U_e}{I} - (R_s + R_i)$$

 $R_s = 1000\Omega$: résistance interne associée à la source de tension,

 $R_i = 1000\Omega$: résistance interne de l'ampèremètre,

Ue: force électromotrice du générateur de tension (V)

I: intensité du courant traversant l'échantillon (A).

3.2.3. La chaîne d'acquisition

La chaîne d'acquisition est constituée d'une centrale d'acquisition et d'un ordinateur. La centrale d'acquisition est utilisée pour enregistrer les conditions environnementales réelles subies par les échantillons. Elle permet également d'envoyer la commande du choix de l'échantillon par l'intermédiaire du multiplexeur avant la mesure de la résistance électrique. Cette centrale est équipée de deux modules différents :

- un module pour la mesure des conditions environnementales qui sert d'interface entre la centrale d'acquisition et le capteur d'humidité relative et de température qui se trouve à l'intérieur de l'étuve ;
- un multiplexeur relié au mégohmmètre qui permet de faire des mesures successives grâce au système d'ouverture et de fermeture des interrupteurs. En effet, lorsque la mesure se fait sur un échantillon, toutes les voies du multiplexeur reliées aux autres échantillons restent ouvertes. A l'issue de la mesure et sur instruction de l'ordinateur, les deux voies reliées à l'échantillon s'ouvrent à leur tour tout en laissant fermer deux autres et ainsi de suite. Il faut environ de 2 minutes pour scruter les 10 échantillons. Rappelons qu'avant la mesure de la résistance électrique de chaque échantillon, il est fait appel au capteur pour la mesure de l'humidité relative et de la température sèche de l'enceinte climatique.

L'ordinateur sert à contrôler tout le dispositif expérimental. Il est équipé d'un logiciel développé par l'auteur en *Visual basic*. Ce logiciel permet d'effectuer des commandes à la fois au niveau de la centrale d'acquisition et du mégohmmètre. Ce logiciel rend presque autonome le dispositif et permet de s'affranchir de l'effet opérateur. En effet, en dehors de la surveillance régulière, aucun autre apport n'est nécessaire dès que le test est lancé. Même les perturbations dues à l'inertie du bâtiment qui abrite le dispositif sont enregistrées et seront prises en compte dans l'analyse des données expérimentales.

Sur la *figure 3-6*, le dispositif apparaît dans sa globalité tandis que la *figure 3-7* montre la disposition des échantillons dans l'enceinte.



Figure 3-6: Photo du dispositif.



Figure 3-7: Disposition des échantillons dans l'étuve.

3.3. Préparation des échantillons

Les échantillons ont été découpés suivant les directions matérielles du bois et selon les dimensions : $300 \times 50 \times 5 \text{ mm}^3$. Ces dimensions ont été choisies afin de limiter la diffusion de la vapeur d'eau selon une direction fortement prépondérante. En effet, la faible épaisseur de

l'échantillon par rapport aux autres dimensions, nous a permis d'éviter le travail fastidieux qui consiste à rendre étanches certaines faces de l'échantillon afin de garantir des transferts unidirectionnels selon l'épaisseur.

Sur chacune des éprouvettes, deux électrodes en inox sont implantées (*Figure 3-8*). Ces électrodes traversent entièrement l'éprouvette. Elles sont placées à mi-longueur, sont distantes de 10 mm et mesurent la résistance électrique selon la largeur. Ce choix permet d'une part de prendre en compte globalement le profil d'humidité selon l'épaisseur de l'échantillon lors de la mesure puis d'autre part d'éviter les effets de bords qui pouvaient perturber les mesures. La *figure 3-9* donne l'exemple de quelques échantillons préparés, avant l'essai.



Figure 3-8 : Schéma de principe d'un échantillon muni de ses électrodes.



Figure 3-9 : Exemple de quelques échantillons préparés, avant l'essai.

3.4. Protocole expérimental

Via notre dispositif, la mesure de la diffusivité massique se fait en régime transitoire. Dix (10) échantillons sont placés dans l'étuve sur des supports constitués de rails parallèles qui libèrent

les surfaces d'échange des éprouvettes. Leurs électrodes sont reliées au mégohmmètre via le multiplexeur.

Un test type est réalisé en trois étapes :

Lors de la première étape, la chambre climatique est réglée à une première valeur de l'humidité relative Hr_1 . Cette période doit être suffisamment longue pour permettre aux échantillons d'atteindre l'équilibre hygroscopique. L'équilibre est constaté lorsque la valeur de la résistance mesurée devient stable. Ensuite, l'humidité relative de la chambre climatique est fixée à une seconde valeur Hr_2 supérieure à Hr_1 jusqu'à l'obtention du nouvel équilibre hygroscopique des échantillons ; c'est la phase d'absorption. L'enceinte est enfin ramenée à l'humidité relative Hr_1 pour la phase de désorption.

Le logiciel développé en *Visual Basic* permet de coordonner le rythme des mesures. Ainsi, la résistance électrique et les conditions environnementales de chaque échantillon sont-elles mesurées et enregistrées en temps réel.

Les *figures 3-10 et 3-11* montrent le résultat brut d'une mesure effectuée sur un échantillon d'ipé dans la direction radiale, en régime transitoire et respectivement en phase d'absorption et de désorption. Les *figures 3-12 et 3-13* donnent quant à elles, les résultats obtenus sur un échantillon du bois de pin sylvestre toujours dans la direction radiale et aussi respectivement en absorption et en désorption. Ces figures montrent clairement que la résistance électrique diminue si l'humidité relative augmente. On peut aussi constater aisément que pour ces deux échantillons, le pin sylvestre aura une valeur de coefficient de diffusion plus importante que l'ipé en comparant les pentes de la zone transitoire de leurs courbes respectives. Ainsi, la variation de la résistance électrique de l'échantillon en réponse au changement d'humidité relative de l'air, peut remplacer avantageusement la variation de masse qui aurait été observée par la technique de pesée. L'utilisation de cette technique expérimentale pour la détermination de la diffusivité massique est donc possible à condition que la relation entre la résistance électrique et la teneur en eau soit clairement définie. La littérature scientifique est très féconde sur ce type de question.


Figure 3-10: Evolution de la résistance électrique du bois d'ipé en absorption et dans la direction radiale.



Figure 3-11: Evolution de la résistance électrique du bois d'ipé en désorption et dans la direction radiale.



Figure 3-12 : Evolution de la résistance électrique du bois de pin sylvestre en absorption et dans la direction radiale.



Figure 3-13 : Evolution de la résistance électrique du bois de pin sylvestre en désorption et dans la direction radiale.

3.5. Intérêt de la méthode électrique

La méthode électrique que nous venons de présenter a de nombreux avantages par rapport à la méthode gravimétrique :

- les mesures nécessitent un temps sensiblement moins long (en raison de la faible épaisseur des échantillons utilisés) ;
- grâce au système de multiplexage, plusieurs mesures peuvent être effectuées simultanément (dix (10) pour notre dispositif, mais nous pouvons envisager d'en avoir davantage);
- la géométrie des échantillons rend leur préparation très simple à l'aide de machines à bois courantes, aucune préparation supplémentaire n'est nécessaire pour l'étanchéité latérale comme c'est le cas dans la méthode gravimétrique ;
- après la mise en route de l'essai, aucune intervention n'est nécessaire ;
- une seule enceinte climatique est suffisante ;
- l'évolution de la résistance électrique met en évidence un temps de réponse extrêmement court de l'échantillon.

Conclusion

Dans ce chapitre nous avons présenté la méthode électrique de mesure de la diffusivité massique. Cette méthode, basée sur la mesure de la résistance électrique du bois, permet de suivre indirectement l'évolution de la teneur en eau en réponse à une variation d'humidité relative de l'air. Les résultats obtenus montrent que la résistance électrique du bois augmente si l'humidité relative ou la teneur en eau du bois diminue. La fiabilité et la rapidité des mesures confèrent à la méthode électrique un caractère innovant par rapport à la méthode gravimétrique.

Cependant, l'utilisation d'une seule enceinte climatique ne permet plus d'obtenir un échelon quasi parfait d'humidité relative. C'est particulièrement vrai en désorption (*Figure 3-13* par

exemple). Au chapitre suivant, nous verrons comment la mesure des conditions réelles et le code de simulation numérique *TransPore* utilisé dans une méthode inverse permettent d'exploiter de façon rigoureuse ces courbes «imparfaites »

Références bibliographiques

Acevedo Mallque, M., Yoza Yoza, L. et Quinteros Garcia, A. (1991). "Determination of the electrical properties of six tropical woods", Revista Forestal del Peru, **18**(1), p. 5-21.

Chen, Z., Wengert, E. M. et Lamb, F. M. (1994). "A technique to electrically measure the moisture content of wood above fiber saturation", Forest Products Journal, **44**(9), p. 57-62.

Faezipour, M. et Asli, S. M. G. (1997). "Determination of electrical resistance and bending properties of Fagus sp., Alnus sp. and Populus sp. in varying equilibrium moisture content (EMC)", Iranian Journal of Natural Resources, **49**, p. 115-126.

Norberg, P. (1999). "Monitoring wood moisture content using the WETCORR method. Part 1: background and theoretical considerations", Holz als Roh- und Werkstoff, **57**(6), p. 448-453.

Norberg, P. (2000). "Monitoring wood moisture content using the WETCORR method: part 2: calibration and validation", Holz als Roh- und Werkstoff, **58**(3), p. 129-134.

Sharma, S. K., Shukla, S. R. et Kamala, B. S. (1997). "Studies on DC electrical resistivity of plantation grown timbers", Holz als Roh- und Werkstoff, **55**(6), p. 391-394.

Chapitre 4 :

Identification de la diffusivité massique à partir de la mesure de la résistance électrique.

4. Identification de la diffusivité massique à partir de la mesure de la résistance électrique.

Introduction

Au chapitre 3, nous avons présenté le dispositif de contrôle de la teneur en eau du bois par la mesure de sa résistance électrique. Ce dispositif ne représente que la partie expérimentale nécessaire pour l'évaluation de la diffusivité massique. Dans ce chapitre, nous allons présenter toute la méthode d'identification utilisée pour l'obtention du coefficient de diffusion massique.

Dans une première partie, une revue bibliographique est proposée sur la méthode électrique d'estimation de la teneur en eau du bois.

La deuxième partie est consacrée à une étude électrique sur un échantillon type. Cette étude, spécifiquement liée à notre montage, permettra de retrouver la relation entre la résistivité électrique et la résistance électrique. Un test servant de calibrage sera fait pour valider les relations, souvent rencontrées dans la littérature, entre la résistivité électrique et la teneur en eau du bois.

La troisième partie est dédiée à l'identification du coefficient de diffusion par méthode inverse.

Enfin, la validation de la méthode par la technique expérimentale de pesée clôture ce chapitre.

4.1. Revue bibliographique sur la résistivité électrique du bois

Beaucoup de travaux ont été réalisés sur la mesure indirecte de la teneur en eau à partir de la résistance électrique. Si cette pratique existe depuis longtemps, elle s'est cependant développée ces dernières décennies. En effet, les travaux de Acevedo Mallque et al. (1991) sur les propriétés électriques (résistivité électrique et constante diélectrique) de six essences tropicales ont montré que la résistivité électrique du bois est anisotrope et que son comportement diélectrique devient isotrope avec l'augmentation de la densité. De même, les travaux de Santini (1998) sur l'estimation de la teneur en eau du bois de pin d'elliott (pinus elliottii) par la mesure de sa résistance électrique au cours du séchage lui ont permis de constater que la résistance électrique est très forte pour les températures de séchage élevées et que la variation de la vitesse de l'air est sans influence sur l'estimation de la teneur en eau. Par ailleurs, Wilson (1999) a comparé la méthode capacitive à la méthode résistive de mesure de teneur en eau. Il a observé que l'appareil de mesure résistive a tendance à sous ou surestimer la teneur en eau et lui préfère l'appareil de mesure capacitive qu'il qualifie de non destructif, facile et rapide à utiliser. Dai et al. (2001) ont, quant à eux, mis au point un système de contrôle des dommages dus à l'humidité dans les parois des bâtiments à ossature bois par la mesure de la résistance électrique.

Toutefois, ce sont les travaux de Stamm (1927) qui ont montré clairement qu'à température constante, la résistivité électrique est liée à la teneur en eau par la relation suivante :

$$Ln(\rho) = E + F \times Ln(X)$$
(4 - 1)

X : la teneur en eau (kg d'eau / kg de matière sèche)

E et F : des constantes réelles définies pour une température donnée avec F réel négatif.

Ce denier auteur précise que cette relation n'est valable qu'entre 7 et 30% de teneur en eau.

Par ailleurs Clark *et al.* (1933) ont montré également qu'à teneur en eau constante, la résistivité électrique est liée à la température par la relation suivante :

$$Ln(\rho) = A + \frac{B}{T}$$
(4 - 2)

 ρ : la résistivité électrique (Ω .m)

T : la température absolue (K)

A et B : des constantes réelles définies pour une teneur en eau donnée

Des résultats semblables à l'équation (4 - 2) ont été trouvés également par Skaar (1988)

De plus, Simpson *et al.* (1999) ont fait des mesures sur plusieurs essences de bois américains et trouvent les résultats donnés (*Figure 4-1*). Ils précisent que 90% des résultats se trouvent dans la bande représentée sur cette figure. Ces mesures ont été effectuées à 27°C avec un hygromètre standard. Ces résultats montrent que l'essence influe très peu sur l'allure des courbes obtenues.



Figure 4-1: Variation de la résistance électrique du bois à plusieurs niveaux de teneur en eau pour plusieurs essences de bois américains d'après Simpson et al. (1999).

En revanche, il est montré que, outre la teneur en eau et la température qui sont les deux paramètres importants affectant la résistivité électrique, d'autres facteurs tels que la direction matérielle, les constituants chimiques, les extractibles et la densité du bois peuvent aussi avoir une influence sur la conductivité électrique du bois. En effet, Skaar (1988) rapporte que la conductivité électrique longitudinale de huit essences de bois américains est de 1,9 à 3,2 fois

plus grandes que celle en direction radiale, et de 2,1 à 3,9 fois plus grandes qu'en direction tangentielle. Kuroda *et al.* (1982) ont trouvé que ces rapports d'anisotropie sont d'autant plus importants que la teneur en eau est élevée.

En dehors des ces paramètres dits internes ou intrinsèques qui affectent la mesure de la résistance électrique du bois, d'autres paramètres dits externes jouent un rôle important dans la conduction électrique du bois. On peut citer : la nature des électrodes, leurs formes et leurs dimensions, la forme et les dimensions des échantillons, l'effet électrolytique aux électrodes et la valeur de tension électrique appliquée aux bornes des électrodes ainsi que le temps d'application de cette tension.

Pour s'affranchir de l'effet de ces paramètres, les dispositions suivantes sont appliquées :

- l'effet de la température peut être évité en faisant des mesures à température constante, ce qui est bien le cas de notre dispositif expérimental ;
- le choix de l'appareil de mesure est primordial. En effet, il doit être capable de mesurer de fortes résistances électriques et de limiter les phénomènes d'électrolyse (le mégohmmètre répond parfaitement à ce critère);
- la résistivité électrique est, mieux que la résistance électrique, la grandeur physique susceptible de caractériser la conduction électrique au sein d'un matériau car c'est un paramètre intrinsèque. Un calcul prenant en compte la disposition des électrodes (profondeur, distance les séparant) sur l'échantillon, les dimensions des électrodes et des échantillons doit être fait pour déduire la résistivité électrique de la résistance électrique mesurée.

4.2. Détermination de la résistivité électrique

Dans cette partie, le but poursuivi est de déterminer l'expression de la résistivité électrique en fonction de la résistance électrique mesurée. Cette dernière grandeur est dépendante de la géométrie des échantillons et surtout de celle des électrodes. D'où la nécessité de travailler avec la résistivité électrique qui permet de s'affranchir de toutes considérations géométriques et de ne prendre en compte que les propriétés intrinsèques du matériau.

Compte tenu de la forme et la disposition des électrodes, quelques relations d'électricité et des simplifications d'usage seront utilisées pour la résolution du problème physique.

4.2.1. Etude de la conduction électrique dans un échantillon de bois

Le mégohmmètre a essentiellement pour rôle d'imposer une tension continue U aux bornes des électrodes et d'en déduire la valeur de la résistance électrique mesurée à partir de l'intensité du courant I qui traverse l'échantillon. Ainsi, une des électrodes est portée au potentiel positif V_1 et la seconde au potentiel négatif V_2 . Ce cas de figure est assimilable à un dipôle électrique.



Figure 4-2: Vue en plan des lignes de courant et équipotentielles dans l'échantillon.

Il faut noter que dans la littérature, seuls les cas simples d'étude de dipôle électrique sont proposés. Notre cas peut être considéré comme un empilement de ces cas simples. Ainsi les surfaces équipotentielles relatives à chaque électrode sont cylindriques. La *figure 4-2* présente un échantillon typique avec ses électrodes et une vue en plan de la distribution des équipotentielles et des lignes de courant d'une section interne dudit échantillon. Le mégohmmètre est symbolisé par la tension U sur la *figure 4-2*.

Rappelons que la résistance électrique R caractérise la difficulté de passage d'un courant électrique. D'après la loi d'Ohm, elle est donnée par le quotient de la différence de potentiel U appliquée aux bornes d'un matériau par le courant I qui y circule, soit :

$$R = \frac{U}{I}$$
(4 - 3)

Avec $U = V_1 - V_2$: la différence de potentiel entre les deux électrodes (V) et I: intensité du courant qui traverse le conducteur (A).

Dans le cas spécifique de notre étude, certaines hypothèses peuvent être faites :

- soit U, la tension imposée par le mégohmmètre, V_1 et V_2 sont respectivement les potentiels à la surface des électrodes positive (courant entrant) et négative (courant sortant);
- l'étude sera faite relativement à une électrode et la loi de superposition permettra de prendre en compte la seconde électrode ;
- le milieu d'étude est supposé infini, ce qui justifie la forme cylindrique des équipotentielles. Le système de coordonnée cylindrique (r, θ , z) sera choisi. La géométrie retenue, largeur des échantillons par rapport à la distance inter-electrodes, limite l'erreur due à cette hypothèse.

4.2.2. Expression des potentiel et champ électrique dans l'échantillon

4.2.2.1. Expression du potentiel électrique

Il s'agit ici d'établir l'expression générale du potentiel électrique relatif à l'action d'une seule électrode en tout point de l'échantillon.

Le bois chargé de son humidité étant conducteur, le potentiel électrique V obéit à la loi de Laplace en tout point M de l'échantillon :

$$\Delta \mathbf{V} = \mathbf{0} \tag{4-4}$$

En effet, étant parcouru par un courant continu, ce dernier, n'est le siège d'aucune source de courant interne.

En coordonnées cylindriques, le Laplacien s'écrit :

$$\Delta \mathbf{V} = \frac{\partial^2 \mathbf{V}}{\partial \mathbf{r}^2} + \frac{1}{\mathbf{r}} \frac{\partial \mathbf{V}}{\partial \mathbf{r}} + \frac{1}{\mathbf{r}^2} \frac{\partial^2 \mathbf{V}}{\partial \theta^2} + \frac{\partial^2 \mathbf{V}}{\partial z^2}$$
(4 - 5)

Le potentiel électrique étant supposé radial, il n'est fonction que de r :

$$\Delta V = \frac{1}{r} \frac{d}{dr} \left(r \frac{dV}{dr} \right)$$
(4 - 6)

Quel que soit le rayon r, $\Delta V = 0 \implies \frac{d}{dr} \left(r \frac{dV}{dr} \right) = 0$

En intégrant deux fois, on obtient :

$$\mathbf{V} = \mathbf{A}_1 \times \mathbf{Ln} \left(\frac{\mathbf{r}}{\mathbf{B}_1} \right) \tag{4-7}$$

A1 et B1 étant deux constantes réelles à déterminer.

4.2.2.2. Expression du champ électrique local

Par définition, en tout point du domaine, le champ électrique est défini comme l'opposé du gradient du potentiel électrique V :

$$\vec{\mathsf{E}} = -\overrightarrow{\operatorname{grad}}(\mathsf{V}) \tag{4-8}$$

En coordonnée cylindrique,

$$\vec{\mathsf{E}} = -\left(\frac{\partial \mathsf{V}}{\partial \mathsf{r}}\vec{\mathsf{e}}_{\mathsf{r}} + \frac{1}{\mathsf{r}}\frac{\partial \mathsf{V}}{\partial \theta}\vec{\mathsf{e}}_{\theta} + \frac{\partial \mathsf{V}}{\partial z}\vec{\mathsf{e}}_{z}\right) \tag{4-9}$$

En supposant le potentiel électrique radial, on écrit :

$$\vec{\mathsf{E}} = -\frac{\mathsf{d}\mathsf{V}}{\mathsf{d}\mathsf{r}}\vec{\mathsf{e}}_{\mathsf{r}}^{'} \tag{4-10}$$

Soit,

$$\vec{\mathsf{E}} = -\frac{\mathsf{A}_1}{\mathsf{r}}\vec{\mathsf{e}}_{\mathsf{r}}$$
(4 - 11)

4.2.2.3. Intensité du courant dans l'échantillon

Il s'agit de déterminer l'intensité du courant débité par le mégohmmètre en fonction des paramètres intrinsèques du bois et des caractéristiques géométriques de l'électrode. Rappelons que l'étude est faite dans un premier temps pour une seule électrode, parcourue par un courant continu d'intensité I dont nous allons déterminer l'expression (*Figure 4-3*). Une généralisation suivra pour prendre en compte l'action des deux électrodes.



Figure 4-3: Géométrie de symétrie cylindrique

Pour cette étude, considérons un point M de l'échantillon. Ce point appartient à une équipotentielle centrée sur l'électrode E_+ , de courant entrant I (*Figure 4-3*).

Considérons également un élément de surface dS autour du point M appartenant à la surface latérale S d'un cylindre de rayon r :

$$\vec{\mathrm{dS}} = \mathbf{r} \cdot \mathrm{d}\boldsymbol{\theta} \cdot \mathrm{d}\mathbf{z} \cdot \vec{\mathrm{e}}_{\mathrm{r}} \tag{4-12}$$

L'intensité du courant qui traverse la surface latérale S est donnée par :

$$I = \iint_{S} \overrightarrow{J \cdot dS}$$
(4 - 13)

 \vec{J} : le vecteur densité de courant électrique (A/m²).

Ce vecteur \vec{J} est relié au champ électrique par la loi d'Ohm locale :

$$\vec{J} = \sigma \vec{E}$$
 (4 - 14)

 σ : la conductivité électrique ou l'inverse de la résistivité ($\Omega^{-1}.m^{-1}$),

 \vec{E} : le vecteur champ électrique (V/m).

En utilisant l'expression du champ électrique déterminé dans le paragraphe précédent (Equation 4 -11), l'équation (4 - 13) devient :

$$I = -\iint_{s} \sigma \frac{A_{1}}{r} \cdot r \cdot d\theta \cdot dz \quad \overrightarrow{e_{r}} \cdot \overrightarrow{e_{r}}$$
(4-15)

Soit :

$$\mathbf{I} = -2 \times \mathbf{\sigma} \times \mathbf{A}_1 \times \mathbf{\pi} \times \mathbf{e} \tag{4-16}$$

Pour la seconde électrode, caractérisée par la sortie du courant continue de même intensité I, on procède de la même manière. La seule différence est que la valeur algébrique de l'intensité du courant est de signe opposé à celle de la première car \vec{dS} et \vec{J} sont de sens contraire. Ainsi l'intensité I du courant électrique sortant de cette électrode est donnée par :

$$\mathbf{I} = 2 \times \pi \times \sigma \times \mathbf{A}_2 \times \mathbf{e} \tag{4-17}$$

A₂: constante d'intégration à déterminer.

Des équations (4-16) et (4 - 17), on peut déduire :

$$A_1 = -A_2 = -A = -\frac{I}{2 \times \pi \times \sigma \times e}$$
(4 - 18)

4.2.3. Expression de la résistivité électrique

Cette partie est consacrée à la détermination de l'expression de la résistivité électrique en fonction de la résistance électrique que mesure le mégohmmètre. Nous avons procédé à des approximations qui sont sans grande influence sur le calcul. En effet tous les calculs ont été faits en considérant un espace infini alors que les échantillons ont des dimensions finies. Ceci est dû au fait que la distance entre les électrodes est faible par rapport à la largeur des échantillons. Par ailleurs, il faut rappeler que les potentiels électriques V₁ et V₂ sont imposés par le mégohmmètre et restent constants. Par approximation, nous avons supposé ces potentiels très proches de ceux que nous pouvons calculer aux voisinages immédiats de la surface de chaque électrode en utilisant la loi de superposition des potentiels pour prendre en compte l'action des deux électrodes. Ainsi V₁ est le potentiel résultant de l'action des deux électrodes aux voisinages de la surface de l'électrode positive E+ alors que V₂ est celui relatif à l'électrode E-.

$$V_{1} = -A \cdot Ln\left(\frac{r_{e}}{B_{1}}\right) + A \cdot Ln\left(\frac{r_{e} + d}{B_{2}}\right)$$
(4 - 19)

re: rayon des électrodes (m),

d : distance séparant les axes des deux électrodes (m).

De même,

$$V_{2} = -A \cdot Ln \left(\frac{r_{e} + d}{B_{1}} \right) + A \cdot Ln \left(\frac{r_{e}}{B_{2}} \right)$$
(4 - 20)

Pour raison de symétrie, le potentiel aux points situés à mi-chemin entre les électrodes est nul d'où :

$$-A \cdot Ln \left(\frac{r_{e} + \frac{d}{2}}{B_{1}} \right) + A \cdot Ln \left(\frac{r_{e} + \frac{d}{2}}{B_{2}} \right) = 0$$

$$(4 - 21)$$

par conséquent, $B_1 = B_2 = B$

En conséquence, la différence de potentiel U délivrée par le mégohmmètre s'écrit :

$$V_1 - V_2 = \frac{I}{\sigma \times \pi \times e} \times Ln\left(\frac{r_e + d}{r_e}\right)$$
(4 - 22)

Rappelant que la résistivité électrique est l'inverse de la conductivité électrique et en utilisant la loi d'Ohm (équation 4-3), nous obtenons la relation entre la résistivité et la résistance :

$$\rho = \frac{R \times \pi \times e}{Ln\left(\frac{r_e + d}{r_e}\right)}$$
(4 - 23)

Pour notre montage, en dehors de l'épaisseur e qui varie d'un échantillon à l'autre, r_e et d sont maintenus constants et égaux respectivement à 2,9 et 10 mm. Cette expression de la résistivité électrique sera utilisée pour la simulation numérique des données expérimentales via le code *TransPore*. Cependant, la relation entre la résistivité électrique et la teneur en eau reste à déterminer expérimentalement.

4.2.4. Test de calibrage et de détermination de la résistivité électrique en fonction de l'humidité relative d'équilibre du bois

Avant de procéder à la détermination du coefficient de diffusion en régime transitoire, des mesures à l'équilibre ont été faites afin de calibrer notre dispositif et d'établir la relation entre la résistivité électrique et l'humidité relative d'équilibre du bois. Cette dernière grandeur physique a été préférée à la teneur en eau en raison de la facilité de sa mesure. L'isotherme de sorption nous permettra d'exprimer l'évolution de la résistivité électrique en fonction de la teneur en eau.

Dans l'enceinte climatique décrite auparavant (Chapitre 3), huit (8) échantillons d'alisier, essence très homogène, sont soumis à sept (7) niveaux d'humidité relative (36, 39, 44, 45, 49, 53 et 58%). Les échantillons sont initialement stabilisés à 36% d'humidité relative. Dans le même temps, la résistance électrique est recueillie jusqu'à ce que l'équilibre hygroscopique soit atteint. A cet équilibre, la teneur en eau est supposée constante partout dans l'échantillon et la résistance électrique mesurée devient constante dans le temps. Cette opération est répétée pour chaque niveau d'humidité relative. Les résultats obtenus pour l'ensemble des échantillons sont représentés sur la *figure 4-4*. Rappelons que la résistivité électrique est

calculée à partir des résistances électriques mesurées par le mégohmmètre en utilisant l'équation (4 - 23).

De ces résultats, une relation linéaire entre le logarithme de la résistivité électrique et le logarithme de l'humidité relative est mise en évidence. Cette relation peut se mettre sous la forme :

$$Ln(\rho) = G + H \cdot Ln(Hr)$$
(4 - 24)

Hr : humidité relative (%),

G et H : constantes réelles définies à une température donnée dont les valeurs dépendent de l'échantillon.



Figure 4-4 : Courbes de calibrage déterminées à partir de huit échantillons d'alisier

Cette relation obtenue en régime permanent permet uniquement de corréler des points expérimentaux et ne possède aucun fondement théorique concernant les mécanismes physiques mis en jeu.

L'expression obtenue à l'équation (4 - 24) est semblable à celle obtenue au (4 - 1) par Stamm (1927). A ceci près que l'une est exprimée en fonction de la teneur en eau et l'autre en fonction de l'humidité relative. Cette ressemblance est d'autant plus prévisible que la courbe

de sorption (*Figure 4-5*) est presque linéaire dans notre domaine de mesure (de 6 à 15% de teneur en eau).

Toutefois, il était utile pour nous, de refaire des mesures afin de vérifier les relations souvent rencontrées dans la littérature. Notons qu'en régime transitoire, si l'on suppose à tout instant l'équilibre thermodynamique local au sein de l'échantillon, la relation (4 - 24) reste valable pour toutes les essences et pour toutes les valeurs de teneur en eau dans le domaine d'étude.

L'expression (4 - 1) qui lie la résistivité électrique et la teneur en eau du bois peut donc être utilisée dans le code *TransPore* pour le calcul de la résistance électrique à partir du champ de teneur en eau simulé. Toutefois, l'expression (4 –24) aussi peut être intégré dans le code numérique mais ceci demande un calcul supplémentaire qui prend en compte les isothermes de sorption (Kouchadé *et al* 2003).



Figure 4-5 : Isotherme de sorption du bois (d'après Siau 1984) et mise en évidence de la linéarité des courbes de sorption dans le domaine d'étude

4.3. Méthode inverse d'identification de la diffusivité massique

Comme dans le cas de la méthode gravimétrique (chapitre 2), nous avons eu recours à la méthode inverse pour identifier le coefficient de diffusion massique. Le code *TransPore* a été utilisé pour simuler les données expérimentales obtenues par mesure électrique et l'algorithme

du *Simplex* pour minimiser la fonction objective. Le seul changement réside au niveau de la définition de cette fonction objective.

4.3.1. Calcul de la résistance électrique en régime transitoire

La résistance électrique est calculée à partir des équations (4 - 1) et (4 - 23). Toutefois, en régime transitoire ces équations ne peuvent pas être appliquées directement car le champ de teneur en eau n'est pas uniforme dans l'échantillon. Le calcul théorique requiert la connaissance à tout instant de ce champ de teneur en eau au sein de l'échantillon. A cet effet, le code numérique *TransPore* est utilisé.

Avant de décrire les différentes étapes du calcul de la résistance électrique, il importe de donner le profil de l'humidité (*Figure 4-6*) qui varie suivant l'épaisseur de l'échantillon du bois. Notons qu'il s'agit du champ de teneur en eau type d'un échantillon en désorption car la teneur en eau est plus faible en surface qu'au cœur de l'échantillon.



Figure 4-6: Champ de teneur en eau en une dimension dans l'échantillon (e est l'épaisseur de l'échantillon ; à l'instant t, $X_s(t)$ est la teneur en eau à la surface d'échange, $X_0(t)$ est sa valeur au centre et $X_i(t)$ sa valeur à la t^{eme} couche (volume de contrôle).

En associant les équations (4 - 1) et (4 - 23) et en supposant que les coefficients E et F sont uniques pour tout l'échantillon et pour chaque volume de controle (VC), la résistance $R_i(t)$ de la i^{ème} couche d'épaisseur k(i) a pour expression :

$$R_{i}(t) = \frac{Exp\{F \times Ln[X_{i}(t)] + E\} \times Ln(\frac{r_{e} + d}{r_{e}})}{\pi \times k(i)}$$
(4 - 25)

Pour obtenir la résistance théorique entre les électrodes, nous avons supposé que toutes les couches sont associées électriquement en parallèle :

$$\frac{1}{R(t)} = \sum_{i=1}^{N} \frac{1}{R_{i}(t)}$$
(4 - 26)

Les équations (4 - 25) et (4 - 26) sont intégrées au sein du code *TransPore*, qui est maintenant prêt à prédire l'évolution temporelle de la résistance électrique. La *figure 4-7* montre quelques exemples de simulation effectuée avec plusieurs valeurs de D (coefficient de diffusion massique) et pour des valeurs de E et F données. Les courbes obtenues permettent de confirmer le fait que la résistance électrique calculée est fortement dépendante du coefficient de diffusion. Ce comportement sera utilisé pour identifier la valeur de D par méthode inverse.



Figure 4-7: Résistance électrique mesurée sur un échantillon et résistances électriques prédites pour différentes valeurs de D.

4.3.2. Fonction objective et identification du coefficient de diffusion massique

L'expression (4 - 25) montre que la résistance électrique calculée est explicitement fonction de E et de F. Par ailleurs, les simulations ont montré que l'humidité d'équilibre initiale (X_{ini})

de l'échantillon a une grande influence sur les résultats obtenus. C'est dire, qu'en dehors du coefficient de diffusion, la résistance électrique calculée dépend fortement de E, F et X_{ini} . La connaissance précise de leur valeur engendre un gain de précision non negligeable sur l'évaluation de la résistance électrique par le calcul. Ces paramètres peuvent donc être laissés libres lors de l'identification et deviennent des variables explicites de la fonction objective qui va quantifier l'écart entre la résistance électrique mesurée et celle calculée. La norme L² est utilisée pour construire la fonction objective δ :

$$\delta(E, F, X_{ini}, D) = \frac{\sqrt{\sum_{j=1}^{N} \{ Ln[R_{mes}(j)] - Ln[R_{cal}(j)] \}^2}}{N}$$
(4 - 27)

 $R_{mes}(j)$: résistance mesurée au temps j par le mégohmmètre,

R_{cal}(j) : résistance prédite au temps j par le code TransPore

- j : le temps discrétisés, tel que défini par l'acquisition expérimentale,
- N : le nombre total de mesures.

Comme au chapitre 2, l'algorithme du *Simplex* est utilisé pour minimiser la fonction objective δ . Les valeurs identifiées de E, F et X_{ini} et D correspondent à la valeur minimale de δ . Toutefois, ne perdons pas de vue ici que l'objectif ultime de cette étude est de déterminer la valeur du coefficient de diffusion massique D. Les autres paramètres, bien que très utiles, resteront des données secondaires par rapport au coefficient de diffusion D.

La *figure 4-8* donne un exemple de l'excellent accord trouvé entre les courbes expérimentale et théorique de la résistance électrique d'un échantillon à la valeur minimale de la fonction objective.



Figure 4-8: Un exemple de l'excellent accord trouvé entre les courbes théorique et expérimentale pour la valeur optimale de la diffusivité massique.

4.3.3. Etude du coefficient de diffusion identifié en fonction du temps total utilisé

Dans ce paragraphe, notre objectif est de mettre en évidence l'effet du temps expérimental choisi sur la valeur du coefficient de diffusion identifié. Des simulations sont faites sur certains tests, en considérant différentes durées expérimentales sur lesquelles la minimisation de la fonction objective est effectuée. Chaque durée correspond à une première période de stabilisation et à une seconde au début de laquelle l'humidité relative a été changée. Notons que seule la seconde période permet de quantifier le temps minimal nécessaire pour identifier correctement le coefficient D. Un exemple des différentes simulations d'un essai expérimental effectué sur un échantillon de châtaignier en absorption montre que seuls les tests, arrêtés après un laps de temps minimal de 60 heures à partir du changement des conditions de l'étuve, permettent de mieux simuler le comportement de l'échantillon dans la seconde zone de stabilisation (*Figure 4-9*). Ce résultat se confirme en traçant le coefficient de diffusion identifié en fonction de la durée expérimentale choisie pour minimiser la fonction objective (*Figures 4-10 et 4-11*). Au-delà de la durée minimale de 60 heures, les données recueillies pour un test en absorption sont suffisantes pour une identification du coefficient de diffusion

avec moins de 10% d'erreur. En revanche, pour un test symétrique en désorption, il en faut une durée minimale de 75 heures (*Figure 4-10 et 4-11*).

Ce résultat très important est un critère supplémentaire pour l'homologation ou le rejet des essais au niveau des résultats finaux. Maintenant, il nous reste à valider cette méthode d'identification du coefficient de diffusion massique par mesure électrique via la méthode d'identification par pesée.



Figure 4-9 : Exemple de simulations pour différentes durées expérimentales choisies pour identifier le coefficient de diffusion massique D.



Figure 4-10 : D identifié d'un échantillon du bois d'ipé pour différentes durées expérimentales.



Figure 4-11 : D identifié d'un échantillon de châtaignier pour différentes durées expérimentales.

4.3.4. Validation par la méthode gravimétrique

Pour valider la méthode électrique ainsi développée, certains échantillons testés sont découpés de part et d'autre des électrodes (*Figure 4-12*). Des mesures gravimétriques sont effectuées sur chaque échantillon avec le protocole développé au chapitre 2 sur la technique gravimétrique.



Figure 4-12 : Un exemple de découpage d'échantillon pour la validation

Dans le *tableau 4-1*, sont présentés les résultats des tests effectués. Pour chaque échantillon, de code de reconnaissance bien défini et de coefficient de diffusion D_R (méthode électrique), D_m représente la diffusivité massique de chacun des deux échantillons testés par la méthode de pesée ou gravimétrique, provenant du découpage de l'échantillon initial.

En dehors du hêtre et du châtaignier qui présentent un écart sensible entre les résultats des deux méthodes, les autres échantillons montrent un accord relatif entre les deux types de résultats. L'écart constaté est de l'ordre de 10%, ce qui reste correcte pour un paramètre qui dépend fortement de la variabilité du bois.

La fiabilité de la méthode électrique ainsi vérifiée nous a permis de faire des campagnes de mesure en routine sur plusieurs essences ainsi que sur du bois traité thermiquement. Les résultats seront présentés dans le prochain chapitre.

	Amarante I			pé		châtaignier				épicéa		hêtre		
échantillon	Amq4		Ipd4		ipq4		cd4		cq4		3epqr		3hqr	
Numéro	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2
Méthode gravimétrique														
$D_m \times 10^{10} m^2/s$	1,00	0,83	0,57	0,57	0,45	0,40	1,09	0,98	0,84	1,04	1,97	1,75	0,55	0,46
Méthode électrique														
$D_R \times 10^{10} \text{m}^2/\text{s}$	1,02		0,62		0,38		1,20		1,28		1,83		0,66	

Tableau 4-1: Valeurs comparées de la diffusivité massique de quelques échantillons pour lesdeux méthodes de mesure.

NB : dans le code de reconnaissance des échantillons, la lettre q (débit sur quartier) représente un échantillon selon la direction tangentielle et la lettre d (débit sur dosse) représente un échantillon testé selon la direction radiale.

Conclusion

Bien que la littérature scientifique soit très féconde sur les techniques de mesure de la teneur en eau du bois par la résistance électrique, elle reste tout de même très pauvre même inexistante quant à la prédiction de la diffusivité massique à partir de cette dernière.

Dans ce chapitre, nous avons décrit les différentes étapes de calcul de la résistivité électrique à partir de la résistance électrique et de la géométrie des électrodes et de l'échantillon. Les mesures effectuées, à différents niveaux d'humidité relative d'équilibre, nous ont permis de trouver une relation linéaire entre le logarithme de la résistivité électrique et celui de l'humidité relative. Notons que ce résultat confirme les différentes relations rencontrées dans la littérature.

La relation logarithmique qui lie la résistivité électrique et la teneur en eau du bois a également été utilisée pour calculer numériquement la résistance électrique via le code de simulation *TransPore*.

Enfin, l'identification du coefficient de diffusion a été effectuée par méthode inverse en utilisant l'algorithme du *Simplex* afin de minimiser l'écart entre la résistance électrique simulée et celle calculée. Les résultats obtenus par cette méthode ont été validés par celle de la gravimétrie. Cette validation a mis en évidence, avec une bonne précision (10%), la fiabilité de la méthode d'identification du coefficient de diffusion massique par mesure électrique.

Références bibliographiques

Acevedo Mallque, M., Yoza Yoza, L. et Quinteros Garcia, A. (1991). "Determination of the electrical properties of six tropical woods", Revista Forestal del Peru, **18**(1), p. 5-21.

Clark, J. D. et Williams, J. W. (1933). "The electrical conductivity of commercial dielectrics and its variation with temperature", J Phys Chem, **37** p. 119-131.

Dai, G. et Ahmet, K. (2001). "Long-term monitoring of timber moisture content below the fiber saturation point using wood resistance sensors", Forest Products Journal, **51**(5), p. 52-58.

Kouchadé, A.C., Passard, J., Thiercelin, F. et Perré, P. (2003) "A new computer-aided experimental procedure for an easy determination of the mass-diffusion coefficient in wood", 8th International IUFRO Wood Drying Conference, Brasov, Romania, 24-29 August 2003.

Kuroda, N. et Tsutsumi, J. (1982). "Anisotropic Behaviour of Electrical Conduction in Wood", Journal of the Japan Wood Research Society, **28**(1), p. 25-30.

Santini, E. J. (1998). "Moisture content estimation from electrical resistance measurement of Pinus elliottii wood during kiln drying", Revista Arvore, **22**(2), p. 271-277.

Simpson, W. et TenWolde, A. (1999). "Physical properties and moisture relations of wood". Book "Physical properties and moisture relations of wood", Madison, WI: U.S., Departement of Agriculture, Forest Service, Forest Products Laboratory: 463 p.

Skaar, C. (1988)."Wood-water relations", New York. Springer-Verlag. 262 p.

Stamm, A. J. (1927). "The electrical resistance of wood as a measure of its moisture content", Ind Eng Chem, **19**(9), p. 1021-1025.

Wilson, P. J. (1999). "Accuracy of a capacitance-type and three resistance-type pin meters for measuring wood moisture content", Forest Products Journal, **49**(9), p. 29-32.

Chapitre 5 :

Application de la méthode électrique à la caractérisation du bois

5. Application de la méthode électrique à la caractérisation du bois

Introduction

La méthode électrique que nous avons présentée dans les chapitres 3 et 4 a la particularité d'être rapide. Cette rapidité nous a permis de faire des mesures en routine sur plusieurs essences de bois (six (6) tropicales et six (6) tempérées).

De même, afin de se rendre compte de l'effet du traitement thermique sur la diffusion massique du bois, des mesures comparables ont été également faites sur des échantillons de bois avant et après traitement.

Dans ce chapitre, nous allons présenter les résultats obtenus pour chaque essence. Une analyse des résultats permettra de voir l'effet de l'infra densité, de la zone de provenance (tempérée ou tropicale), de la direction, du sens de diffusion (absorption ou désorption) et du traitement thermique sur la diffusion massique du bois.

5.1. Résultats des mesures effectuées sur six essences tropicales et six essences tempérées

5.1.1. Matériel végétal et échantillonnage

Afin de voir l'effet sur la diffusivité massique, de l'infra densité d'une part, de la direction et de la zone de provenance (tempérée et tropicale) d'autre part, des mesures ont été effectuées sur 12 essences de bois, d'infra densité variant entre 300 et 900 kg/m³. Il s'agit de six (6) essences tropicales et de six (6) essences tempérées. Sur le *tableau 5-1* sont présentés les noms scientifiques et les caractéristiques particulières de chaque essence.

Pour chaque essence, dix (10) éprouvettes ont été préparées, réparties en cinq (5) éprouvettes dans la direction radiale et cinq (5) autres dans la direction tangentielle. La diffusion se faisant selon l'épaisseur de l'échantillon, les découpages sur dosse correspondent à la direction radiale alors que ceux sur quartier correspondent à la direction tangentielle (*Figure 5-1*). En dehors de l'ipé, la valeur de l'infra densité de toutes les essences est plus forte en direction radiale qu'en direction tangentielle (*Figure 5-2*). Ceci est certainement dû à un effet indirect de la variation de la croissance des arbres en fonction de leur âge.



Figure 5-1: Une photo montrant les directions matérielles de mesure.

Tableau 5-1 : Fiche technique sommaire des essences et de leurs caractéristiques particulières (IF = infra densité moyenne, EC = écart type. La moyenne et l'écart type sont calculés sur cinq échantillons)

Essence	nom scientifique	couleur	provenance	rac	liale	tangentielle	
Listence	nom serentinque	couleur	provenance	IF(kg/m ³)	EC(kg/m ³)	IF(kg/m ³)	EC(kg/m ³)
Amarante	Peltogyne spp.	violet	Amérique latine	733	18	704	37
Ayous	Triplochiton scleoroxylon	blanc crème	Afrique	349	18	325	21
Doussié	Afzelia africana	brun rouge	Afrique	696	24	624	32
Ipé	Tabebuia spp.	brun foncé	Amérique latine	790	18	899	52
Movingui	Disternonanthus benthamianus	jaune	Afrique	628	14	545	46
Tauari	Couratari spp.	blanc crème	Amérique latine	528	12	504	28
Châtaignier	Castanea	brun jaunâtre	Europe	487	71	455	34
Epicéa	Picea excelsa	blanc jaunâtre	Europe	360	41	327	7
Chêne	Quercus	brun jaunâtre	Europe	534	31	482	2
Peuplier	Populus	blanc grisâtre	Europe	374	15	337	15
Pin Sylvestre	Pinus sylvestris	brun rouge	Europe	445	32	433	38
Pin Maritime	Pinus maritima	brun rouge	Europe et Afrique du nord	522	51	508	48



Figure 5-2 : Histogramme des infra densités moyennes des essences étudiées selon le débit (dosse ou quartier).

5.1.2. Présentation des résultats

Toutes les mesures ont été effectuées suivant le protocole expérimental défini au chapitre 3. Douze (12) campagnes de mesure ont été réalisées. Par campagne de mesure, 10 échantillons sont sélectionnés et équilibrés pendant un minimum de quatre jours dans l'enceinte climatique à l'humidité relative de 40%. Après la stabilisation des résistances électriques mesurées, l'humidité relative de l'enceinte est passée à 70% et les échantillons y séjournent pendant au moins une semaine, le temps qu'il faut pour atteindre le nouvel équilibre, ce dernier marquant la fin de l'absorption. Après cette phase d'absorption, la phase de désorption est ensuite enclenchée en ramenant l'humidité relative à 40%. Les données expérimentales peuvent être recueillies au bout de deux jours sans attendre forcément une nouvelle stabilisation, ceci grâce à l'utilisation du code numérique pour l'analyse des données. Au total, il faut un minimum de deux semaines pour une campagne de mesure continue, donc six mois pour tous les essais. Une fois la mise en route de l'essai effectuée, aucune intervention n'est indispensable en dehors d'une simple surveillance régulière.

Cependant, nous n'avons pas été à l'abri de quelques problèmes. Notamment, des coupures inopinées du courant électrique ont pu être fatales à certains essais en arrêtant l'acquisition et tout le système de régulation. En effet, si le nombre de mesures est insuffisant, l'essai est inexploitable (*Figure 5-3*).



Figure 5-3 : Un exemple de données recueillies suite à une coupure de courant électrique.

Parmi les autres problèmes rencontrés, on peut également citer l'inertie du bâtiment qui abrite le dispositif, ainsi que l'étanchéité de l'étuve. En effet, la sensibilité du capteur permet d'observer sur les courbes expérimentales (voir chapitre 3) le contraste entre le jour et la nuit et même des cas de fuite au niveau de l'enceinte climatique. En réalité, ceci est sans grande influence sur l'évaluation du coefficient de diffusion car les conditions réelles mesurées sont prises en compte dans l'analyse des données par le code *TransPore*. Notons également que certains échantillons peu denses génèrent un mauvais contact entre les électrodes et le bois, ce qui peut amener la conductivité électrique de l'air humide à fortement perturber la mesure.

Tous ces problèmes nous ont conduit à rejeter les résultats obtenus sur certains tests et à laisser les cases vides ou portant des chiffres en italiques avec le signe «*» en exposant dans les tableaux de résultats. Les *figures 5-4 et 5-5* sont deux exemples palpables de courbes d'identification du coefficient de diffusion obtenues sur du bois d'amarante en direction tangentielle respectivement en désorption puis en absorption. Pour la première figure, la phase réelle de désorption a été enregistrée durant 4 heures alors que pour la seconde figure, la phase d'absorption l'a été pendant 90 heures. Il est donc clair que le coefficient de diffusion identifié pour la courbe de désorption n'est pas fiable et sera donc rejeté.



Figure 5-4 : Exemple de courbes d'identification du coefficient de diffusion d'un test rejeté.



Figure 5-5 : Exemple de courbes d'identification du coefficient de diffusion d'un test accepté.

Les *tableaux 5-2, 5-3, 5-4 et 5-5* présentent, de façon regroupée, les valeurs de diffusivité massique obtenues sur tous les échantillons testés. Nous avons ajouté ces valeurs à celle de l'infra densité (IF) mesurée sur chaque échantillon. Les valeurs moyennes et les écarts types de chaque famille de mesure sont aussi mentionnés

NB : Code des valeurs des tableaux :

- case grisée avec valeurs reportées : bon résultat mais ne participant pas au calcul de la moyenne ;
- *case grisée avec valeurs en italique et pointées de «* » : résultat peu fiable du fait d'une durée expérimentale insuffisante ;*
- case grisée vide : expérimentation de trop courte durée pour pouvoir identifier le coefficient de diffusion massique.

		Amarante		Ayous				
Echantillon	$IF(l_{r}\sigma/m^{3})$	D×10 ¹⁰	$m^2 \cdot s^{-1}$	$IF(l_{r}a/m^{3})$	$D \times 10^{10} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$			
	II (Kg/III)	Absorption	Désorption	II (Kg/III)	Absorption	Désorption		
1	756	1,61	3,20	339				
2	738	2,28	3,18	353	2,99	3,40		
3	744	1,39		347				
4	717	3,17	3,72	329	3,81	4,65		
5	713	1,97	3,46	376		2,04*		
Moyenne	733	2,26	3,39	349	3,40	4,03		
Ecart type	18	0,67	0,26	18	0,58	0,88		
	Dou	issie	Іре					
	$\mathbf{H}(1,\mathbf{z}/\mathbf{m}^3)$	D×10 ¹⁰	$m^2 \cdot s^{-1}$	$\mathbf{IE}(\mathbf{I}_{ra}/\mathbf{m}^3)$	$D \times 10^{10} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$			
	II (Kg/III)	Absorption	Désorption	II (Kg/III)	Absorption	Désorption		
1	673	1,31	2,42	776	0,49	1,84		
2	679	3,77	5,25	791	0,88	1,48		
3	687	2,16	4,32*	796	0,59			
4	712	3,61	2,20	817	0,64	1,16		
5	729	1,41	2,24	773	0,54	1,15		
Moyenne	696	2,16	3,30	790	0,64	1,41		
Ecart type	24	1,39	1,69	18	0,17	0,33		
	Movi	ngui D	Tauari					
	$IF(l_{r}\sigma/m^{3})$	D ×10 ¹⁰	$m^2 \cdot s^{-1}$	$IF(kg/m^3)$	D ×10 ¹⁰ m ² . s ⁻¹			
	II (Kg/ III)	Absorption	Désorption	11 (Kg/ III)	Absorption	Désorption		
1	647	2,18		517	5,95	5,85		
2	628	2,76	4,11	531	5,56	4,96		
3	621	2,36		516				
4	609		2,05	545		3,34		
5	636	2,10	3,00	532	4,70	5,86		
Moyenne	628	2,43	3,56	528	5,40	5,56		
Ecart type	14	0,47	0,79	12	0,64	0,52		

 Tableau 5-2 : Diffusivité massique des essences tropicales en direction radiale

Tableau 5-3 : Diffusivité massique des essences tropicales en direction tangentielle
	Amarante			Ayous		
Echantillon	$\mathbf{IE}(\mathbf{I}_{m}/\mathbf{m}^{3})$	$D \times 10^{10} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$		IF(1	$D \times 10^{10} m^2 s^{-1}$	
	IF(Kg/m)	Absorption	Désorption	IF(Kg/m)	Absorption	Désorption
1	690	0,91		310	4,48	
2	736			339		
3	668	1,11	1,66	350	3,56	2,013
4	752	1,01	1,27	325	3,59	3,42
5	677	0,60	0,78	300	2,82	5,134
Moyenne	704	0,91	1,24	325	3,32	3,52
Ecart type	37	0,27	0,44	21	0,43	1,56
		Doussié			Ipé	
	D ×10 ¹⁰		$m^2 \cdot s^{-1}$		$D \times 10^{10} m^2 . s^{-1}$	
Echantinon	IF(kg/m°)	Absorption	Désorption	IF(kg/m°)	Absorption	Désorption
1	589	1,33		836	0,40	
2	639			923		
3	651	0,90	1,23	925	0,52	0,75
4	650	1,52	1,29	957	0,38	0,68
5	590	0,93	1,04	853	0,30	0,52
Moyenne	624	1,12	1,19	899	0,40	0,69
Ecart type	32	0,35	0,13	52	0,11	0,06
		Movingui		Tauari		
Fahantillan	$\mathbf{IE}(\mathbf{I}_{m}/\mathbf{m}^{3})$	D×10 ¹⁰	$m^{2} \cdot s^{-1}$	IE(1/ ³)	$D \times 10^{10} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$	
Echantinon	IF(Kg/III)	Absorption	Désorption	IF(Kg/III)	Absorption	Désorption
1	498	1,55		468	1,58	
2	564			517		
3	543	1,13	1,21	530	1,75	0,48*
4	613	0,81	1,07	523	1,41	1,41
5	508	1,13	1,41	478	1,25	1,56
Moyenne	545	1,02	1,23	504	1,33	1,49
Ecart type	46	0,18	0,17	28	0,11	0,11

Tableau 5-4 : Diffusivité massique des essences tempérées en radiale

Echantillon	châtaignier	Pin maritime
ļ		l

	IF (1(³)	$D \times 10^{10} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$		$\mathbf{IE}(\mathbf{I}_{ra}/\mathbf{m}^{3})$	$D \times 10^{10} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$	
	IF(Kg/m)	Absorption	Désorption	1 г (kg/ш)	Absorption	Désorption
1	461	0,84	1,25	536	0,34	0,97
2	574	1,15	1,24	450	1,13	1,54
3	401	1,13	2,36*	561	0,44	1,50*
4	547	1,19	1,34	572	0,46	0,70
5	455	0,86	1,31	491	0,47	0,91
Moyenne	487	1,01	1,28	522	0,60	1,03
Ecart type	71	0,19	0,05	51	0,36	0,36
		Peuplier	L		Pin sylvestre	1
Febantillon	$IF(kg/m^3)$	D ×10 ¹⁰	$m^{2} \cdot s^{-1}$	$IF(k\sigma/m^3)$	D ×10 ¹⁰	$m^{2} \cdot s^{-1}$
Echantinon	IF(Kg/m)	Absorption	Désorption	11 (Kg/m)	Absorption	Désorption
1	358	1,27	3,02	452	2,28	4,83
2	375	2,43	3,57	495	3,55	4,00
3	369	3,23	5,72*	420	4,11	5,58*
4	368	2,84	3.00	440	5,45	3,00*
5	397	1,90	3,86	416	1,94	3,72
Moyenne	374	2,11	3,36	445	2,59	4,18
Ecart type	15	0,68	0,42	32	0,85	0,58
		Epicéa			Chêne	
Echantillon	$IF(k\sigma/m^3)$	D×10 ¹⁰	$m^2 \cdot s^{-1}$	$IF(k\sigma/m^3)$	D ×10 ¹⁰	$m^2 \cdot s^{-1}$
Lenuntinon	II (Ng/ III)	Absorption	Désorption	· · · · (ng/ m /	Absorption	Désorption
1	337	1,05	2,46	483	0,60	0,88
2	323	1,18	2,58	483	0,60	0,80
3	323	1,04	2,27	481	0,61	0,85
4	325	1,05	2,24	480	0,63	0,89
5	Pas d'échantillons		485	0,60	0,88	
Moyenne	325	1,08	2,39	482	0,61	0,86
Ecart type	7	0,07	0,16	2	0,02	0,03

 Tableau 5-5 : Diffusivité massique des essences tempérées en direction tangentielle

châtaignier	pin maritime

Fahantillan	IF(kg/m ³)	$D \times 10^{10} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$		$\mathbf{IE}(l_{rg}/m^3)$	$D \times 10^{10} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$	
Echantinon		Absorption	Désorption	1 г (кg/ш)	Absorption	Désorption
1	441	1,12		444	1,57	
2	447			504		
3	508	0,65	0,96	556	0,81	1,01
4	465	1,28	1,46	554	0,84	1,14
5	415	0,83	1,12	482	0,58	0,97
Moyenne	455	0,92	1,18	508	0,74	1,04
Ecart type	34	0,32	0,26	48	0,14	0,09
		peuplier	l		pin sylvestre	l
Echantillon	IF(kg/m ³)	D ×10 ¹⁰	$m^2 \cdot s^{-1}$	IF(kg/m ³)	$D \times 10^{10} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$	
	··· (···g/ ···)	Absorption	Désorption	(g,)	Absorption	Désorption
1	331	5,40		375	2,46	
2	352			462		
3	349	2,77	3,23	428	3,24	3,45
4	338	2,51	3,34	430	2,19	2,77
5	314	4,39	3,43	474	3,60	2,62
Moyenne	337	3,22	3,33	433	2,91	3,25
Ecart type	15	1,02	0,10	38	0,62	0,42
		Epicéa	picéa		Chêne	
Echantillon	IF(kg/m ³)	$D \times 10^{10} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$		$IF(kg/m^3)$	D ×10 ¹⁰	$m^2 \cdot s^{-1}$
		Absorption	Désorption	· · · (··g/ ··· /	Absorption	Désorption
1	389	1,60	2,92	546	0,70	0,91
2	388	1,28	1,97	551	0,57	0,80
3	413	1,18	1,76	551	1,02	1,14
4	319	1,68	3,03	488	1,33	1,40
5	330	1,38	2,87	Pas d'échantillons		15
6	321	1,53	1,96			
Moyenne	360	1,44	2,42	534	0,90	1,06
Ecart type	41	0,19	0,58	31	0,34	0,26

5.1.3. Analyses et commentaires

L'observation des résultats des *tableaux 5-2, 5-3, 5-4 et 5-5* révèle la forte variabilité du bois. Les valeurs élevées des écarts types montrent la présence de cette variabilité au sein même de l'essence. Les résultats seront analysés par le biais de la recherche de l'effet de certains paramètres physiques sur la diffusivité massique mesurée.

5.1.3.1. Effet du sens de diffusion (absorption et désorption)

Afin de comparer la diffusion massique en absorption à celle en désorption, nous avons représenté un ensemble de points dans un plan constitué de D_a (D en absorption) en abscisse et de D_d (D en désorption) en ordonnée. Chaque point correspond à la valeur moyenne du coefficient de diffusion massique D identifié par essence et par direction. Ces valeurs moyennes sont reportées dans les tableaux précédents et ne prennent en compte que les tests homologués aussi bien en absorption qu'en désorption. La répartition de ces points dans le plan en direction radiale (Figure 5-6) puis en direction tangentielle (Figure 5-7) permet d'affirmer qu'en règle générale, la diffusivité massique en absorption est plus faible que celle en désorption car tous les points expérimentaux se trouvent dans le domaine où $D_d > D_a$. Ce constat peut s'expliquer par le phénomène d'hystérésis souvent observé dans le comportement du bois lorsqu'il est soumis successivement à une absorption et à une désorption entre deux valeurs distinctes d'humidité relative. Les travaux antérieurs ont montré que la pente de la désorption est plus forte que celle de l'absorption (Mouchot 2002 ; Zohoun 1998 et Agoua 2001...). Il est aussi possible d'expliquer ce résultat par les phénomène de relaxation qui accompagne le bois en absorption où le gonflement des macromolécules empêche la migration des molécules d'eau, donc une diffusion faible en absorption.

NB: pour les figures 5-6, 5-7, 5-8 et 5-9, les lettres représentent les initiales des noms des essences. am = amarante, ay = ayous, ch = chêne, chr = châtaignier, d = dousié, ep = épicéa, ip = ipé, m = movingui, pe = peuplier, pm = pin maritime, ps = pin sylvestre, t = tauari



Figure 5-6 : Diffusivité massique en désorption (D_d) fonction de la diffusivité massique en absorption (D_a) pour toutes les essences étudiées en direction radiale.



Figure 5-7 : Diffusivité massique en désorption (D_d) fonction de la diffusivité massique en absorption (D_a) pour toutes les essences étudiées en direction tangentielle.

5.1.3.2. Effet de la direction de mesure.

Pour faire cette analyse, nous allons utiliser le même type de représentation que dans le cas de l'effet de la sorption. Le coefficient de diffusion en direction tangentielle est représenté en fonction du coefficient de diffusion en direction radiale pour l'absorption (*Figure 5-8*) et la désorption (*Figure 5-9*). On constate qu'en dehors de quelques essences (pin sylvestre, pin maritime et peuplier), dans la phase d'absorption, la diffusivité massique en direction radiale est plus élevée que celle en direction tangentielle. Ce qui confirme les résultats de (Wadso 1993; Zohoun 1998; Agoua 2001 et Mouchot 2002). Les plans ligneux, dont nous verrons l'effet sur le coefficient de diffusion dans le prochain paragraphe, permettront de mieux expliquer cette constatation.

Cependant, il faut noter que dans la direction radiale, les cellules d'une rangée, ayant été générées par la même cellule du cambium, auront tendance à être alignées dans cette direction alors qu'en tangentiel, l'empilement des cellules est plutôt aléatoire. En conséquence, la diffusion serait plus facile en radiale qu'en tangentielle (Perré et Keller 1994).

De plus la présence des rayons ligneux dans la direction radiale, qui ont pour fonction essentielle le transport naturel de l'eau et des substances nutritives dans l'arbre au cours de sa vie, favorise également la diffusion de la vapeur d'eau dans cette direction. En revanche, dans la direction tangentielle ces rayons ligneux peuvent constituer des barrages potentiels pour le transport de la vapeur d'eau surtout pour les essences tropicales (*Figure 5-14*)

Enfin, l'hétérogénéité du bois en direction radiale (alternance du bois initial et du bois final surtout sur des planches débitées sur dosse) et l'emplacement des électrodes (qui peuvent être dans du bois initial ou du bois final) sur les planches débitées sur quartier (direction tangentielle) peuvent expliquer la particularité de certaines essences qui présentent une diffusivité massique légèrement plus faible en radial qu'en tangentiel (*Figure 5-8*).



Figure 5-8 : Diffusivité massique tangentielle en fonction de la diffusivité massique radiale des essences étudiées en absorption.



Figure 5-9 : Diffusivité massique tangentielle en fonction de la diffusivité massique radiale des essences étudiées en désorption.

5.1.3.3. Effet de l'infra densité

Les *figures 5-10, 5-11, 5-12 et 5-13* présentent la diffusivité massique en fonction de l'infra densité. Ces figures prennent en compte tous les tests homologués et dont les résultats sont reportés dans les *tableaux 5-2, 5-3, 5-4 et 5-5*. On constate que, pour toutes les directions et quel que soit le sens de la diffusion (absorption ou désorption) et la zone de provenance, la diffusivité décroît lorsque l'infra densité augmente. Ce constat s'explique par le fait que, les bois à forte densité ont des parois cellulaires épaisses et des lumens de faible diamètre, ce qui réduit considérablement la taille des pores donc la diffusion de la vapeur d'eau (Perré *et al.* 1994). Les travaux de Perré *et al.* (2001) sur les cernes d'accroissement annuel du bois sont d'ailleurs très clairs à ce sujet. En effet, ils ont montré que le bois initial, de densité plus faible est plus diffusif que le bois final de densité plus élevée.



Figure 5-10 : Diffusivité massique en fonction de l'infra densité en absorption et en radiale.



Figure 5-11 : Diffusivité massique en fonction de l'infra densité en désorption et en radiale.



Figure 5-12 : Diffusivité massique en fonction de l'infra densité en absorption et en tangentielle.



Figure 5-13 : Diffusivité massique en fonction de l'infra densité en désorption et en tangentielle.

5.1.3.4. Effet du plan ligneux (tropical et tempéré)

Afin de mettre en évidence l'effet du plan ligneux sur les résultats obtenus, nous avons réalisé au microscope électronique des vues transversales de trois plans ligneux tropicaux (amarante, movingui et doussié) (*Figure 5-14*) et de trois plans ligneux tempérés (chêne, hêtre et épicéa) (*Figure 5-15*).

Ces vues permettent de constater l'hétérogénéité du bois au niveau des plans ligneux. En effet, on note :

- la présence de rayons ligneux dans la direction radiale ;

- la présence de tissus dans les deux plans ligneux (stratifications bois initial et bois final dans les essences tempérées et plutôt des agrégats de tissus de parenchyme et de fibres dans les essences tropicales).

En conséquence, il se produit au niveau des essences tempérées, deux phénomènes qui s'opposent : en direction radiale, la diffusion est facilitée par les rayons ligneux alors qu'elle est freinée par la stratification en raison de la disposition en série des couches (*Figure 5-15*).

En ce qui concerne les bois tropicaux, la diffusion en radial est également favorisée par les rayons ligneux mais aussi par les tissus sensiblement isotropes dans le plan radial-tangentiel (*Figure 5-14*). Ceci justifie l'existence de deux groupes distincts (tropicaux et tempérés) sur les *figures 5-10 et 5-11* qui représentent l'évolution de la diffusivité massique en fonction de l'infra densité en direction radiale. Ainsi, à infra densité égale, et dans la direction radiale, les essences tropicales sont nettement plus diffusives que les essences tempérées. Ceci n'est pas le cas en direction tangentielle (*Figures 5-12 et 5-13*).

Dans cette dernière direction et chez les essences tempérées, les couches de bois initial et de bois final sont disposées en parallèles. Le chemin privilégié pour la diffusion de vapeur d'eau est celle du bois initial en raison de sa faible densité. Selon que la largeur de cerne soit faible ou élevée, le coefficient de diffusion peut être très variable dans cette direction pour les essences tempérées (*Figures 5-12 et 5-13*).

En revanche, pour les essences tropicales, la forte présence de lignes tangentielles de rayons ligneux et de fibres peut être un facteur de ralentissement de la diffusion de la vapeur d'eau. Ceci explique les faibles valeurs de coefficient de diffusion obtenus dans la direction tangentielle pour ces essences (*Figures 5-12 et 5-13*).

NB : Pour la figure 5-14,

v = vaisseaux

p = parenchyme

f = fibre

 $r = rayons \ ligneux$

La même opération n'a pas été faite sur les autres clichés car ces différentes cellules sont facilement reconnaissables. Aussi, pour chaque essence, les clichés sont faits à deux grossissements différents afin de mieux distinguer chaque plan ligneux.



Amarante 1



Amarante 2



Doussié 1



Doussié 2



Movingui 1

Movingui 2

Figure 5-14 : Vues transversales de trois plans ligneux tropicaux (clichés en microscopie électronique environnementale, P. Perré, LERMAB-ENGREF)



Figure 5-15 : Vues transversales de trois plans ligneux tempérés (clichés en microscopie électronique environnementale, P. Perré, LERMAB-ENGREF).

5.1.3.5. La singularité du bois d'«ayous»

La singularité de l'«ayous», une essence tropicale de faible densité qui présente presque la même tendance que les essences tempérées, est visible sur les *figures 5-10, 5-11, 5-12 et 5-13*. Ici également, le plan ligneux (*figure 5-16*) permet d'expliquer ce comportement. En effet l'observation au microscope électronique du plan ligneux de cette essence montre :

les rayons ligneux qui facilitent la diffusion dans la direction radiale ;

les lignes tangentielles de fibres et la stratification à l'échelle réduite qui ralentissent la diffusion en radiale.

Ceci est déjà représentatif des bois tempérés. Dans le cas du bois tempéré, c'est la stratification qui ralentit la diffusion alors que dans le cas d'ayous, ce sont les lignes de fibres et les stratifications.

On observe aussi sur cette essence des lignes tangentielles de parenchyme qui facilitent la diffusion dans la direction tangentielle. Dans le cas des bois tempérés, c'est la couche du bois initial qui joue ce rôle.

De plus, une étude menée par Detienne *et al.* (1998) sur les cernes d'accroissement annuel de quelques essences de forêts denses africaines montre que parmi toutes les essences étudiées, l'« ayous » présente des cernes visibles et larges (environ 7 mm/ans).





Figure 5-16: Vues transversales du plan ligneux d'ayous (clichés en microscopie électronique environnementale, P. Perré, LERMAB-ENGREF)

5.2. Résultats des mesures effectuées sur du bois traité thermiquement

De nos jours, le bois traité thermiquement ou bois torréfié devient de plus en plus un palliatif aux problèmes environnementaux. De ce point de vue et pour les différentes utilisations qu'il offre, le bois torréfié peut être une alternative sérieuse par rapport au bois traité chimiquement dont les dégâts environnementaux sont réels.

Bien que la pratique de la torréfaction du bois soit en vogue dans le monde, très peu d'études se font sur les propriétés de transfert du produit obtenu. L'objectif principal de cette partie du document est d'étudier les propriétés de transfert de masse du bois traité thermiquement. Ainsi, une étude comparée permettra de voir l'effet du traitement thermique sur le bois.

5.2.1. Traitement thermique du bois

Le bois, malgré ses nombreux atouts (esthétisme, pouvoir isolant, résistance au feu, etc) est handicapé par son origine naturelle. En effet, le bois est un matériau dont les dimensions changent sous l'effet de l'humidité. Il est composé de tissus cellulaires d'origine végétale, donc vulnérable aux attaques biologiques. La mise au point de traitements de préservation moins polluants, plus performants que les procédés classiques par voie chimique et permettant la réduction hygroscopique et la stabilisation dimensionnelle du bois, est l'un des défis de ces dernières décennies dans la recherche sur le bois. Ainsi, plusieurs structures, tant en France qu'ailleurs, ont mis au point des procédés de traitement thermique à haute température (le procédé hollandais PLATO, le procédé allemand MENZ HOLZ, le procédé finlandais THERMOWOOD et le procédé français). Le procédé français est basé sur la pyrolyse ménagée sous atmosphère contrôlée.

La rétification est un traitement thermique qui produit des modifications physico-chimiques au niveau du bois. Le principe est basé sur la montée en température progressive du bois en l'absence d'oxygène dans un four spécifique (*Figure 5-17*). Il s'agit d'une pyrolyse ménagée qui s'effectue sous atmosphère inerte, à température et pression contrôlées. L'intervalle de température est compris entre 180 et 280°C, étape intermédiaire entre le séchage et la carbonisation. La pyrolyse ménagée craque principalement les hémicelluloses, responsables de l'adsorption de l'eau dans les parois cellulaires, et commence à modifier la lignine qui avec

les celluloses et les hemicelluloses constituent les trois types de polymères organiques du bois.

En dehors de son caractère purement environnemental, le traitement thermique du bois admet aussi des intérêts économiques. En effet il permet d'une part de valoriser les essences répandues en Europe (épicéa, hêtre, peuplier, sapin, etc.) puis d'autre part, de diminuer la déforestation des essences tropicales reconnues pour leurs résistances aux champignons et autres attaques d'insectes. De ce point de vue, le bois torréfié peut être une réponse au concept du développement durable qui est l'un des enjeux planétaires des prochaines décennies. Néanmoins, des études de caractérisation physique sont nécessaires pour la valorisation complète du produit.



Figure 5-17 : Photo d'un dispositif expérimental de traitement thermique du bois du CIRAD-Forêt (Photo Patrick Rousset, CIRAD-Forêt).

5.2.2. Mesure du coefficient de diffusion massique du bois traité thermiquement par la méthode électrique

5.2.2.1. Echantillonnage et expérimentation

En raison de sa rapidité, nous avons utilisé la méthode électrique pour faire des tests en régime transitoire sur du bois de hêtre et d'épicéa. A cet effet, 20 échantillons d'épicéa et 20 de hêtre ont été sélectionnés. Par essence, ces échantillons sont repartis en groupe de 10 par direction (radiale et tangentielle). Pour chaque direction, afin de faciliter la comparaison des résultats, les échantillons ont été prélevés de manière à avoir deux échantillons sur la même génératrice (fil du bois), puis répartis en deux groupes de cinq de façon à avoir pour chaque groupe un exemplaire du couple d'échantillons de chaque génératrice. Un groupe d'échantillons du bois va servir de référence du bois naturel alors que le second sera traité thermiquement à 240°C sous azote pendant 5 heures. La *figure 5-18* montre la disposition des échantillons dans le four.



Figure 5-18 : Photo de la disposition des échantillons dans le four expérimental de traitement thermique du CIRAD-Forêt (Photo Patrick Rousset, CIRAD-Forêt).

5.2.2.2. Résultats et discussion.

Les tests en absorption et en désorption ont été réalisés par la méthode électrique en régime transitoire. L'analyse des données expérimentales par méthode inverse a été concluante pour les bois de référence et a donné les résultats du *tableau 5-6*.

Tableau 5-6 : Tableau récapitulatif d	des valeurs de diffusivité massique des échantillons de
	bois de référence.

$\mathbf{D} \times 10^{10} \ \mathbf{m}^2 / \mathbf{s}$						
	Epicéa	Hêtre				
Echantillon	n Absorption Désorptio		Absorption	Désorption		
		Radiale				
1	1,45	4,11	0,68	1,97		
2	1,38	2,52	0,76	1,82		
3	1,20	3,29	1,25	2,09		
4	0,78	1,66	1,44	2,76		
5	1,08	3,60	1,32	1,62		
Tangentielle						
1	1,50	4,66	0,79	1,68		
2	1,81	3,96	1,01	1,53		
3	1,83	3,52	0,67	0,86		
4	1,68	4,25	0,64	0,80		
5	0,75	2,93	0,79	1,43		

En revanche, pour le bois traité thermiquement, l'analyse des données expérimentales par méthode inverse n'a pas été satisfaisante. Nos investigations nous ont montré qu'en réalité, la baisse du niveau hygroscopique du bois traité thermiquement entraîne au niveau de ce matériau une forte résistance électrique. La *figure 5-19* montre un exemple de mesure de résistance électrique d'un échantillon de bois traité thermiquement (a) et celle de la conductivité électrique de l'air humide de l'enceinte climatique (b) avec la même disposition des électrodes et les mêmes conditions climatiques. On constate aisément que la mesure de la résistance électrique effectuée sur le bois traité thermiquement n'est rien d'autre qu'une reproduction parfaite de l'incrtie de l'enceinte climatique. Ce qui prouve que le modèle qui

exprime l'évolution de la résistance électrique du bois en fonction de sa teneur en eau que nous avons intégré dans le code *TransPore* ne peut donc être utilisé dans le cas du bois traité thermiquement. Nous avons donc eu recours à la méthode de pesée.



Figure 5-19 : Un exemple de mesure de résistance électrique d'un échantillon de bois d'épicéa prise en direction tangentielle et traité thermiquement (a) et de celle de l'air de l'enceinte climatique (b). Les conditions climatiques sont les mêmes ainsi que la disposition des électrodes.

5.2.3. Mesure du coefficient de diffusion massique du bois traité thermiquement par méthode de pesée.

5.2.3.1. Echantillonnage et expérimentation

Face à l'impossibilité de l'analyse des données expérimentales issues de la méthode électrique, nous avons eu recours à la méthode de pesée pour mieux cerner l'effet du traitement thermique sur le bois. Nos mesures ont été réalisées sur les mêmes échantillons de bois avant et après le traitement thermique. En effet, nous avons sélectionné quatre échantillons du bois de hêtre (deux dans la direction radiale et deux dans la direction tangentielle) et quatre d'épicéa dans la direction tangentielle. Des mesures de coefficient de diffusion ont été effectuées sur ces échantillons avec la méthode de pesée exposée au chapitre 2. Après avoir enlevé la couche de résine se trouvant sur les faces latérales de ces échantillons, ces derniers ont été traités thermiquement à 220°C sous azote pendant 5 heures. Une nouvelle couche de résine a été appliquée à leurs faces latérales puis ils ont subi de nouveaux des tests pour la mesure de leur coefficient de diffusion massique.

Dans les deux cas de figure, les mesures ont été faites en absorption. Ainsi, tous les échantillons ont été conditionnés à une humidité relative de 30% puis passés à une humidité de 75%.

5.2.3.2. Présentation des résultats

Les résultats obtenus pour les huit échantillons sont regroupés dans le *tableau 5-7*. On y trouve, bien entendu, les valeurs de diffusivité massique du bois naturel et du bois traité thermiquement ainsi que le pourcentage de diminution en diffusion massique induit par le traitement thermique par échantillon.

Tableau 5-7: Tableau comparé des résultats de coefficient de diffusion massique du boisnaturel et du bois traité thermiquement.

$\mathbf{D} \times \mathbf{10^{10} \ m^2/s}$						
		Epicéa				
Direction	Code échantillon	Bois naturel	Bois traité thermiquement	Pourcentage de perte		
	3epqr1	1,84	0,59	68		
Tangentielle	3epqr2	1,58	0,38	76		
Tangentiene	5epqr1	1,43	0,27	81		
	5epqr2	1,54 0,44		71		
		Hêtre				
Direction	Coda áchantillon	Bois natural	Bois traité	Pourcentage de		
Direction		DOIS Haturer	thermiquement	perte		
Tangentielle	3hqr1	0,50	0,30	40		
	3hqr2 0,46		0,23	50		
Radiale	1hdr1 1,28		0,63	51		
Radiate	1hdr2 1,23		0,49	60		

5.2.3.3. Analyses et commentaires

L'observation des résultats du tableau nous permet de constater que pour les deux essences étudiées (hêtre et épicéa), le traitement thermique produit une forte diminution du coefficient

de diffusion massique du bois en absorption. Cette diminution varie de 70 à 80% pour l 'épicéa en direction tangentielle, de 40 à 50% pour le Hêtre en tangentielle et de 50 à 60% pour cette dernière essence en radiale. Les travaux réalisés par Rousset *et al.* (2004) sur le peuplier traité thermiquement à 200°C ont donné un pourcentage de diminution de 60% pour le duramen contre 40% pour l'aubier dans la direction radiale.

Cette diminution de la diffusivité massique, déjà prévisible, est due à plusieurs raisons :

- premièrement, un des effets visibles du traitement thermique est l'augmentation de l'infra densité du bois, ce qui implique une diminution du coefficient de diffusion comme nous l'avions spécifié plus haut.
- deuxièmement, le traitement thermique peut provoquer, au niveau du bois, la perte partielle (jusqu'à 79% pour le pin (May *et al.* 1990)) ou totale (en fonction de la durée et de la température du traitement) des hémicelluloses. Or ce constituant, responsable du caractère hydrophile du bois, est porteur d'un nombre assez important de groupes hydroxyles inducteurs des liaisons hydrogènes qui permettent la fixation et le déplacement des molécules d'eau d'un site à un autre (Skaar 1988). Sa destruction rend le bois traité thermiquement très hydrophobe et perturbe de ce fait la migration des molécules d'eau, donc la diminution drastique de la diffusion de la vapeur d'eau dans ce matériau.

Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons regroupé l'ensemble des mesures de coefficient de diffusion massique effectuées sur du bois naturel et du bois traité thermiquement. La rapidité de la méthode électrique nous a permis de tester, en absorption et désorption, 120 échantillons de bois différents répartis en 12 essences (six essences de bois tempéré et six autres de bois tropical). De ces études, nous pouvons ressortir les principaux résultats suivants :

- La diffusivité massique diminue lorsque l'infra densité augmente.
- En direction radiale, la diffusivité massique permet de distinguer les bois tropicaux des bois tempérés. En effet, à densité égale, les bois tropicaux diffusent plus que les bois tempérés.

- En général, la diffusion massique dans la direction radiale est plus forte que dans la direction tangentielle.
- Les valeurs du coefficient de diffusion en désorption sont relativement plus importantes que celles en absorption, cependant, nous avons noté quelques exceptions.

Enfin, en raison de l'inadaptation de cette méthode électrique à l'étude du bois traité thermiquement, nous avons utilisé la méthode de pesée pour tester les mêmes échantillons de bois, de deux essences (Hêtre et épicéa), avant et après traitement thermique. Les résultats obtenus ont confirmé l'idée selon laquelle le traitement thermique diminue considérablement le coefficient de diffusion massique dans le bois

Références bibliographiques

Agoua, E. (2001)."Diffusivité et perméabilité du bois: validation de méthodologies expérimentales et prise en compte de paramètres morphologiques simples pour la modélisation physique", Thèse: Sciences Forestières et du Bois, Ecole Nationale du Génie Rural des Eaux et des Forêts, Nancy. 173 p.

Baronas, R. et Ivanauskas, F. (2004). "Reducing spatial dimensionality in model of moisture diffusion in a solid material", International Journal of Heat and Mass transfer, **47** p. 699-705.

Detienne, P., Oyono, F., Durrieu de Madron, L., Demarquez, B. et Nasi, R. (1998). "L'analyse de cernes : applications aux études de croissance de quelques essences en peuplements naturels de forêt dense aficaine". Rapport : CIRAD-Forêt. Montpellier. 34 p.

Dietl, C., Winter, E. R. F. et Viskanta, R. (1998). "An efficient simulation of the heat and mass transfer processes during drying of capillary porous, hygroscopic materials", International Journal of Heat and Mass transfer, **41**, p. 3611-3625.

Koc, P. et Houska, M. (2002). "Characterization of the sorptive properties of spruce wood by the inverse identification method", Holz als Roh- und Werkstoff, **60**(4), p. 265-270.

Liu, J. Y., Simpson, W. T. et Verrill, S. P. (1999)."An inverse moisture diffusion algorithm for the determination of diffusion coefficient", 33th ASME National Heat Transfer Conference, Albuquerque, New Mexico.

May, J. F., Guyonnet, R. et Bourgois, J. (1990). "Matériaux composites à base de bois rétifié: études des propriétés rhéologiques à l'état fondu en régime stationnaire", Die Angewandte Makromolekulare Chemie, **178** p. 171-189.

Mouchot, N. (2002). "Etude expérimentale et modélisation des transports diffusionnels de l'eau dans le domaine hygroscopique des bois de hêtre et d'épicéa", Thèse: Sciences et Technologies Industrielles, Université Henri Poincaré Nancy 1, Nancy. 140 p.

Perré, P. (1992). "Transferts couplés en milieux poreux non-saturés: possibilités et limitations de la formulation macroscopique", Habilitation à diriger des recherches, Institut National Polytechnique de Lorraine, Nancy. 223 p.

Perré, P. et Keller, R. (1994). "La prédiction des propriétés macroscopiques du matériau bois par sa structure anatomique: besoin ou moyen de caractériser la paroi?", Trace and Microprobe Techniques, **12**(4), p. 277-287.

Perré, P. et Turner, I. (2001). "Determination of the material property variations across the growth ring of softwood for use in heterogeneous drying model. Part2: Use of homogeisation to predict bound liquid diffusivity and thermal conductivity", Holzforschung, **55**(4), p. 417-425.

Rousset, P., Perré, P. et Girard, P. (2004). "Modification of mass transfer properties in poplar wood (P. robusta) by a thermal treatment at high temperature", Holz als Roh-und Werkstoff, **62**(2), p. 113-119.

Siau, J. F. (1984)."Transport processes in wood", Berlin. Springer-Verlag. 245 p.

Skaar, C. (1988)."Wood-water relations", New York. Springer-Verlag. 262 p.

Wadso, L. (1993). "Studies of water vapor transport and sorption in wood", Doctoral Dissertation, Lund University, Lund. 102 p.

Zohoun, S. (1998). "Détermination de la diffusivité massique dans le domaine hygroscopique du bois: comparaison des mesure en régimes permanent et transitoire", Thèse: Mécanique et énergétique, Institut National Polytechnique Lorraine, Nancy. 110 p.

Conclusion et perspectives

Conclusion générale et perspectives

Un bilan de l'état de l'évolution de la recherche sur la diffusion massique dans le bois au LERMaB (Laboratoire d'Etude et de Recherche sur le Matériau Bois) permet de constater que les techniques expérimentales se simplifient de plus en plus. Quant aux modèles théoriques d'analyse des données expérimentales, ils se compliquent davantage mais l'utilisation de l'outil numérique permet de prendre en compte toutes ces complexités y compris le couplage chaleur-masse et de réduire considérablement le temps de calcul. En effet, les premières mesures effectuées dans le laboratoire étaient faites en régime permanent. Les échantillons avaient une forme cylindrique et sur les faces latérales est déposée une couche de résine pour empêcher le transfert massique. Le contrôle de l'humidité relative d'équilibre se faisait à la fois par le cryothermostat et/ou la solution saline. La durée de l'expérience peut dépasser deux semaines par échantillon et tout problème technique peut être fatal au test. Il suffisait d'un modèle théorique très simple pour déterminer le coefficient de diffusion. Par la suite un dispositif de mesure en régiment transitoire a été mis au point. Ce dispositif a été amélioré de manière à rendre stables les conditions de mesure et à imposer aux échantillons, un échelon presque parfait d'humidité relative : c'est l'idée de la double enceinte. Dans ce cas, les échantillons sont toujours cylindriques. Le fait qu'il faut attendre la stabilisation de l'échantillon dans sa nouvelle ambiance ne met toujours pas les tests à l'abri des problèmes techniques. Des méthodes analytiques ont été élaborées pour la détermination de la diffusion massique. Ces modèles analytiques plus ou moins complexes, peuvent prendre en compte ou non les résistances aux transferts internes et externes. Enfin avec la dernière méthode que nous avons développée dans le cadre de ce travail, nous sommes en mesure de faire des tests sur des échantillons parallélépipédiques avec la résine toujours appliquée aux faces latérales des échantillons. Le contrôle automatique des mesures qui permet d'enregistrer, au cours du temps, la masse et les conditions réelles subies par les échantillons permet de s'affranchir de l'effet opérateur et de recueillir des données (exploitables ou non) en cas de problèmes techniques. De plus une journée est suffisante pour tester un échantillon et l'analyse des données expérimentale se fait à l'aide du code numérique TransPore.

Cependant, l'originalité de ce travail de thèse réside dans la mise au point de la méthode d'identification de la diffusivité massique par la mesure de la résistance électrique. A ce

niveau, la préparation des échantillons est très facile. Les faces latérales des échantillons ne sont plus rendues étanches. Une seule étuve est suffisante au lieu de deux dans les autres techniques et mieux, plusieurs échantillons peuvent être testés à la fois. En dehors d'un contrôle régulier, aucune action extérieure de l'opérateur n'est nécessaire. Enfin, tout accident de régulation est totalement pris en compte par le code de calcul *TransPore* qui permet l'analyse des données expérimentales.

Cette dernière technique de mesure en routine a été utilisée dans ce travail de thèse. Elle est à la fois rapide et fiable pour la détermination de la diffusivité massique en régime transitoire. La méthode inverse développée pour l'identification du coefficient de diffusion est constituée de trois étapes importantes dont l'expérimentation, l'analyse numérique des données expérimentales et la minimisation de la fonction objective qui confronte les résultats expérimentaux aux prédictions numériques. Le dispositif expérimental est l'une des innovations. Il s'appuie sur une ancienne pratique qui jusque là ne servait qu'à estimer la teneur en eau du bois : la méthode électrique de suivi de la teneur en eau par la mesure de la résistance électrique du bois. Le mégohmmètre, un appareil qui peut mesurer des résistances jusqu'à $10^{16}\Omega$ et précis à 0.6% a été utilisé. Un système de multiplexage a été imaginé et utilisé afin de multiplier le nombre d'essais. Ainsi, grâce à une seule unité de mesure dix essais ont pu être faits à la fois et par test. Ce dispositif a permis de diviser par dix, le temps qu'il fallait pour tester un tel nombre d'échantillons et de répondre à l'un des objectifs fixés. Enfin, ce dispositif très simple permet de s'affranchir de la méthode de pesée traditionnellement utilisée et dont la mise en œuvre reste difficile et contraignante pour l'opérateur.

La difficulté de la détermination de la diffusivité massique n'est pas due qu'à l'expérimentation. La loi qui gouverne le transfert hydrique dans le bois est un jeu d'équations aux dérivées partielles non linéaires fortement couplées (chaleur/masse). Ceci rend impossible la résolution analytique sans certaines simplifications drastiques. La résolution numérique devient donc incontournable. Lors de cette étude, la version *1-D* du code *TransPore* a été utilisée sous forme d'une version actualisée et adaptée aux mesures de résistances électriques. Ce code numérique, reconnu pour son aptitude à prendre en compte les conditions réelles subies par les échantillons, les résistances aux transferts externes et internes et surtout le couplage chaleur-masse, a été utilisé pour l'analyse des données expérimentales et a permis de prédire la résistance électrique à partir du champ de teneur en eau calculé. Notons que ce

code est très rapide et permet de faire des simulations en un temps très court (par exemple 0.1s avec un ordinateur *Pentium 4 à* 3 Ghz)

Enfin, l'identification du coefficient de diffusion massique a été faite par la minimisation de l'écart entre la résistance mesurée et celle prédite grâce à l'algorithme du *Simplex*.

Afin de vérifier la fiabilité de la nouvelle méthode, nous avons procédé à des mesures de validation grâce à la technique expérimentale de pesée, le dépouillement des résultats a été également fait par le code *TransPore* et l'identification de la diffusivité massique par méthode inverse en minimisant l'écart entre la masse mesurée et celle simulée. Les résultats de cette validation sur les mêmes échantillons déjà testés par la méthode électrique sont concordants et nous ont rassuré du bien-fondé de notre méthode.

Suite au succès de cette validation et profitant de la rapidité de la méthode, nous avons testé 120 échantillons différents en régime transitoire et de façon symétrique en absorption et en désorption. Ses échantillons sont repartis en six essences tropicales et six essences tempérées. Par essence, les directions radiale et tangentielle sont représentées par cinq échantillons chacune. Les résultats obtenus nous ont permis de tirer des conclusions suivantes :

- la diffusivité massique dans le bois décroît lorsque l'infra densité augmente ;
- en direction radiale, la diffusivité massique permet de séparer en deux lots distincts les bois tropicaux des bois tempérés. Par exemple, à densité égale, les bois tropicaux diffusent plus que les bois tempérés ;
- toujours en direction radiale, la diffusion massique est plus forte que dans la direction tangentielle;
- les valeurs du coefficient de diffusion en désorption sont relativement plus importantes que celles en absorption, cependant, quelques échantillons dérogent à la règle.

Enfin, afin d'apprécier l'effet du traitement thermique sur le bois, nous avons en outre fait des mesures sur ce matériau mais la méthode électrique n'a pas été concluante. En effet, les mesures électriques sur ce matériau sont comparables à celles de la conductivité électrique de l'air humide. Ce qui serait dû à la forte résistance du bois traité thermiquement et au mauvais contact avec les électrodes. Nous avons donc eu recours à la méthode de pesée. Nos résultats ont montré que le traitement thermique à 220°C sous azote pendant 5h de temps provoque sur

du bois, une diminution de plus de 70% de sa diffusivité massique en direction tangentielle et jusqu'à 60% en radiale. Ce résultat confirme d'ailleurs ceux obtenus par d'autres auteurs dans les travaux antérieurs.

Dans ce travail de thèse, nous pouvons dire que les deux grands objectifs fixés ont été atteints : la rapidité et la fiabilité de la méthode. Des mesures de routine également ont été effectuées. Nous pensons que cette étude est d'un apport précieux pour la recherche sur le matériau bois en général et sur la diffusion massique en particulier.

Cependant, d'autres travaux méritent d'être envisagés afin de persévérer dans l'étude de la diffusivité massique et de pouvoir amorcer la mise en place de nouvelles normes pour sa mesure :

- la prise en compte de la conductivité électrique de l'air humide dans l'analyse des données expérimentales ;
- une étude beaucoup plus poussée de la géométrie des échantillons afin de pouvoir prendre en compte les effets de bords et de définir des normes standards pour la forme et la disposition des électrodes afin d'éviter les mauvais contacts qui peuvent générer des erreurs ;
- il faudra profiter de l'utilisation de la méthode inverse pour élaborer des modèles efficaces représentatifs de l'effet de la teneur en eau et de la température sur le coefficient de diffusion;
- les phénomènes d'hystérésis et de diffusion non fickienne doivent être étudiés et pris en compte au cours des simulations ;

Enfin, nous pensons que pour la détermination de la diffusivité massique dans le bois, d'autres pistes peuvent être explorées, notamment celle de la mesure de l'humidité relative en face arrière fermée d'un échantillon.

Résumé

La diffusivité massique est l'une des propriétés physiques qui permet de caractériser les transferts de masse au sein des milieux poreux. Bien que cette grandeur physique soit méconnue, sa mesure est indispensable lors de la modélisation de nombreux procédés tels que le séchage, l'imprégnation, les transferts hydriques à travers l'enveloppe des bâtiments, etc. Dans ce travail de thèse, une méthode de mesure en routine du coefficient de diffusion du matériau bois, dans le domaine hygroscopique, est proposée. Cette évaluation de la diffusivité massique repose sur une méthode inverse qui s'articule en trois étapes complémentaires : l'expérimentation, l'analyse des données expérimentales à partir d'un code numérique nommé TransPore (code de simulation des transferts couplés de chaleur et de masse en milieux poreux) et enfin la détermination du coefficient de diffusion par minimisation de l'écart entre les données expérimentales et celles simulées. L'expérimentation s'appuie sur la mesure de la résistance électrique d'un échantillon de bois en régime transitoire. Un mégohmmètre combiné à un multiplexeur permet de faire les mesures sur plusieurs échantillons à la fois. La version 1-D du code de calcul TransPore permet de calculer la résistance électrique de chaque échantillon de bois grâce au champ de teneur en eau simulée à partir des conditions réelles subies par les échantillons. L'algorithme du Simplex minimise l'écart entre les résultats expérimentaux et théoriques par le biais de l'ajustement de paramètres sensibles dont la diffusivité massique. La fiabilité de cette nouvelle méthode a été établie grâce à la technique de pesée très utilisée pour déterminer la diffusivité massique. L'efficacité de la méthode a permis de caractériser six essences de bois tropicaux et six autres de bois tempérés. Des mesures sont également effectuées pour des bois de hêtre et d'épicéa traités thermiquement et mettent en évidence certaines limites de cette nouvelle méthode de détermination du coefficient de diffusion. En revanche, la technique traditionnelle de pesée donne des résultats tout à fait probants et montre que le traitement thermique réduit d'au moins 60% le coefficient de diffusion massique du bois naturel.

Mots clés : bois, diffusivité massique, diffusion massique, *TransPore*, méthode inverse, résistance électrique, résistivité électrique, multiplexeur, mégohmmètre, teneur en eau, humidité relative, loi de Fick, couplage chaleur-masse.

Abstract

Mass diffusivity is one of the physical properties that characterizes the migration of bound moisture in porous media in general and in wood in particular. Its control is essential to understand and to simulate the drying process as well as impregnation phenomena or moisture transfers through building walls. In this study, a fast and reliable method for the determination of mass diffusivity by electrical measurements in transient state has been developed. This method consists in three complementary steps: experimentation, analysis of experimental data thanks to a coupled heat and mass transfer numerical code (TransPore) and minimization of the difference between the experimental data and the simulated ones. The experimentation is based on measurements of the electrical resistance of wood sample in transient state. A megohimmeter associated to a multiplexer allows measurements on several samples at the same time. The code *TransPore* computes the electrical resistance of each sample thanks to the moisture content field. That has been simulated from the real experimental conditions. The Simplex algorithm minimizes the gap between experimental and theoretical results by fitting the significant parameters such as mass diffusivity. The method ability was established by comparison with the very widely used weighting technique for mass diffusivity determination. The efficiency of this new method allows us to characterize the wood diffusivity of six tropical species and six temperate ones. However, the weighting technique has been preferred to characterize the mass diffusivity of heat treated wood and shows that the mass diffusion coefficient of natural wood was reduced by at least 60% after heat treatment.

Keywords: wood, mass diffusivity, mass diffusion, *TransPore*, inverse method, wood electrical resistance, wood electrical resistivity, multiplexer, megohmmeter, moisture content, relative humidity, Fick law, coupled heat-mass.