2014-ENAM-0047

École doctorale n° 432 : Science des Métiers de l'Ingénieur

Doctorat ParisTech

T H È S E

pour obtenir le grade de docteur délivré par

l'École Nationale Supérieure d'Arts et Métiers

Spécialité "Mécanique et matériaux"

présentée et soutenue publiquement par

Simon HANNOUZ

le 04/12/2014

Développement d'indicateurs pour la caractérisation mécanique et la durabilité des bois traités thermiquement

Directeur de thèse : **Robert Collet**

Jury :

M. Patrick ROUSSET, Chercheur, HDR, UR BioWooEB, CIRAD	Président et rapporteur
M. Joris VAN ACKER, Professeur, Woodlab, UGent	Rapporteur
M. Robert COLLET, Maître de conférences, HDR, LaBoMaP, Arts et Métiers ParisTech	Examinateur
M. Rémy MARCHAL, Professeur, UR BioWooEB, CIRAD	Examinateur
M. Laurent BLERON, Professeur, LERMAB, ENSTIB	Examinateur
M. Louis DENAUD, Maître de conférences, LaBoMaP, Arts et Métiers ParisTech	Examinateur
M. Mathieu PETRISSANS, Professeur, LERMAB, ENSTIB	Examinateur
M. David CHAVOT, Directeur, Margaritelli Fontaines SAS	Invité

T H È S E

Arts et Métiers ParisTech - Centre de Cluny
LaBoMaP

Présentation

Ce document présente une étude réalisée dans le cadre de la thèse de doctorat que j'ai menée entre juin 2011 et juin 2014 au Laboratoire Bourguignon des Matériaux et Procédés (LaBoMaP) situé à Cluny. Ce travail fait l'objet d'une étroite collaboration avec le Laboratoire d'Études et de Recherche sur le MAtériau Bois (LERMAB) de Nancy. Son financement a été assuré par un contrat CIFRE avec la société Bois Durables de Bourgogne, située à Vendenesse-lès-Charolles. Cette thèse s'appuie en partie sur le travail de Kévin Candelier dont la thèse est intitulée "Caractérisation des transformations physico-chimiques intervenant lors de la thermodégradation du bois. Influence de l'intensité de traitement, de l'essence et de l'atmosphère", soutenue en décembre 2013.

Bois Durables de Bourgogne est une société née en 2008 suite à l'association de six professionnels du bois de Bourgogne (Barlet Frères, Groupe Ducerf, Groupe Petitrenaud, Fuyet Père et Fils, Margaritelli Fontaines, Scieries Réunies du Charollais). Elle est située en Saône-et-Loire à Vendenesse-lès-Charolles, et possède trois fours de traitement thermique : deux de 20 m^3, et un de 1 m^3. Le four de plus petite capacité permet d'effectuer des tests sur les cycles de traitement, et des commandes dont le volume ne permet pas de remplir un grand four. Une vue extérieure du bâtiment de la société Bois Durables de Bourgogne est présentée sur la Figure 1.



Figure 1 : Façade sud du bâtiment de Bois Durables de Bourgogne

Chacun des associés voit en Bois Durables de Bourgogne une opportunité d'élargir la gamme des produits déjà proposés. Le groupe Ducerf propose par exemple

des bardages en peuplier chauffé, mettant en avant la meilleure durabilité apportée par le traitement thermique. La parqueterie Margaritelli cherche autant a obtenir une bonne durabilité du frêne pour les usages en extérieur qu'une teinte plus foncée du chêne pour les usages intérieurs.

L'enjeu du développement de ces produits est également celui de valoriser une ressource locale : plus de soixante-dix pour-cents de la ressource française est constituée de feuillus, mais les résineux sont préférés par les scieries car ils ont une croissance plus rapide et sont donc une ressource plus disponible [Florentin, 2013]. Depuis les années 1990, les bois de feuillus sont de moins en moins utilisés, alors que leur production biologique augmente [FCBA, 2011]. Cette tendance peut s'expliquer par la fermeture progressive de certains marchés tels que la menuiserie, tandis que la demande en bois résineux augmente pour la construction. C'est une évolution qui peut être justifiée en particulier par le caractère peu durable de beaucoup d'essences feuillues. Le traitement thermique des essences feuillues est une technique qui permet donc de valoriser cette ressource locale face à l'utilisation de résineux, mais aussi devant l'importation de bois exotiques pour des emplois en extérieur.

Le traitement thermique du bois est une industrie qui se développe depuis une dizaine d'années, mais qui est freinée par l'absence de certifications. Les bois chauffés sont des matériaux nouveaux dont le comportement est différent de celui des bois naturels : ils se dégradent moins vite, mais sont plus fragiles. Les demandes de certifications concernent donc ces deux aspects : durabilité et performances mécaniques. Cependant il n'existe actuellement aucun système industriel permettant de contrôler la production afin de garantir la qualité des produits et d'optimiser les cycles de traitement thermique.

La certification d'un produit peut s'effectuer par un contrôle statistique en testant d'abord la conformité d'un grand nombre d'éprouvettes, puis en s'assurant que les conditions dans lesquelles elles ont été produites restent identiques en vérifiant la répétabilité du procédé. Dans le cas du traitement thermique du bois, cela reviendrait d'abord à s'assurer, pour une essence donnée, que le matériau d'origine est toujours le même, et que les cycles de chauffe suivent systématiquement le même profil. Le premier obstacle que peut rencontrer cette approche est celui de la variabilité des propriétés au sein d'un même échantillon de planches de bois. Cette variabilité sera observée et sujette à discussion dans le travail présenté ici. Par ailleurs, certifier un produit donné limite le développement d'autres produits : la modification des cycles de chauffe s'effectue régulièrement avec le savoir-faire des opérateurs, et c'est avec ce même savoir-faire que Bois Durables de Bourgogne peut répondre rapidement à des nouvelles demandes de produits encore non réalisés.

Cette étude fait donc le choix de chercher une méthode de classement systématique, c'est-à-dire une méthode qui permet de classer les bois après chaque cuisson à partir de mesures directement effectuées sur le matériau. Ces mesures étant répétées sur chaque lot contrôlé, ce sont des méthodes non destructives qui sont recherchées ici. Plusieurs méthodes sont testées : l'analyse vibratoire, l'analyse élémentaire, la densitométrie et le suivi de la température pendant la chauffe.

Le premier chapitre introduit les notions liées au matériau bois qui seront nécessaires pour appréhender ce travail. Il fait également état des changements induits par le traitement thermique, et des pistes de recherche déjà explorées pour contrôler les bois traités thermiquement. Le deuxième chapitre présente les différents protocoles et campagnes d'essais réalisés pour caractériser la durabilité et les performances mécaniques des bois chauffés. Dans le chapitre trois, les résultats des essais mécaniques et des essais de durabilités sur les bois chauffés de Bois Durables de Bourgogne sont comparés à ceux de la littérature. Dans le quatrième chapitre, des corrélations sont recherchées entre les essais destructifs et les essais non destructifs afin de déterminer des méthodes pouvant être utilisées sur site industriel pour caractériser les propriétés mécaniques et de durabilité des bois chauffés. Le dernier chapitre fait un état des résultats mis en avant dans ce travail, et à partir de ceux-ci propose des pistes de réflexion pour trouver des moyens industrialisables de caractériser les bois traités thermiquement.

Remerciements

Je remercie en premier lieu Messieurs Patrick Rousset et Joris Van Acker d'avoir accepté de juger ce travail et de remplir le rôle de rapporteurs.

Cette étude a été possible grâce à Monsieur Robert Collet qui en est à l'initiative. Je le remercie pour son encadrement et son soutien quotidien.

Messieurs Laurent Bléron, Louis-Étienne Denaud, Rémy Marchal et Mathieu Pétrissans sont remerciés pour m'avoir fait l'honneur de participer à mon jury de thèse, ainsi que pour le suivi, les conseils et directions qu'ils ont pu apporter au cours de ces années d'études.

Merci à l'entreprise Bois Durables de Bourgogne pour la confiance qu'elle m'a apportée. Derrière cette enseigne, je remercie surtout les partenaires qu'elle engage, et en particulier Monsieur David Chavot qui a assuré un suivi régulier de cette étude.

La composition du jury illustre en partie la collaboration qui a eu lieu dans le cadre de cette thèse entre le LERMAB et le LaBoMaP. Cette collaboration a également impliqué Messieurs Philippe Gérardin et Stéphane Dumarçay que je remercie pour leur accueil et la disponibilité dont ils ont fait preuve lors de mes venues au LERMAB, ainsi que pour l'intérêt qu'ils ont pu porter à ces travaux.

Je tiens à remercier Messieurs Cyril Boully, Thibault Chastagnier, Noël Crance, Sébastien Deschamps, Jean Perche et Rinaldo Pernarella pour l'accueil et l'aide qu'ils m'ont réservés chez Bois Durables de Bourgogne, et dans la scierie du groupe Ducerf.

Merci aux nombreuses personnes qui à un moment ou un autre m'ont aidé à réaliser les manipulations qui sont présentées ici. Merci à Mounir Chaouch, Kévin Candelier, Mohamed El Aieb, Michaël Krebs, Pierre Mainguy, Renaud Pfeiffer, Istie Rahayu, Rémy Sausse, et Joffrey Viguier.

Ces mêmes manipulations n'auraient pas été possibles sans les aides précieuses de Messieurs Jean-Claude Butaud, Fabrice Cottin, Jean Diochon et Denis Lagadrière. Merci à eux pour leur accompagnement.

Merci à Christine Chevignard et Françoise Darnaud pour leur efficacité dans la recherche de ressources documentaires.

Je remercie toutes les personnes qui m'ont entouré pendant la réalisation de ce travail, et souhaite qu'elles se reconnaissent en lisant ces lignes.

Enfin, je remercie le lecteur qui saura utiliser les recherches et les résultats présentés ici.

Références normatives

FD P20-651	Durabilité des éléments et ouvrages en bois
NF B51-004	Détermination de l'humidité
NF B51-009	Essai de flexion dynamique
NF B51-010	Essai de traction perpendiculaire aux fibres
NF B51-012	Essai de cisaillement
NF B51-017	Traction parallèle aux fibres
NF EN 13183-2	Teneur en humidité d'une pièce de bois scié
NF EN 14081	Bois de structure à section rectangulaire classé pour sa résistance
NF EN 14358	Détermination des valeurs correspondant au fractile à 5% d'exclusion inférieure et critères d'acceptation pour un échantillon
NF EN 1995	Eurocode 5 : Conception et calcul des structures en bois
NF EN 335	Définition des classes d'emploi
NF EN 338	Classes de résistance
NF EN 350	Guide des principes d'essai et de classification de la durabilité naturelle du bois
NF EN 384	Détermination des valeurs caractéristiques des propriétés mécaniques et de la masse volumique
NF EN 408	Détermination de certaines propriétés physiques et mécaniques
NF EN 460	Guide d'exigences de durabilité du bois pour son utilisation selon les classes de risque
NF EN 599	Efficacité des produits préventifs de préservation du bois établie par des essais biologiques
NF EN 844	Terminologie
NF X06-050	Étude de la normalité d´une distribution
XP CEN-TS 15083	Détermination de la durabilité naturelle du bois massif vis-à-vis des champignons lignivores - méthode d'essai

Table des matières

Présentation 2
Remerciements 6
Références normatives 8
Table des matières 10
1 Le bois et le traitement thermique 16
1.1 Le matériau bois 16
1.1.1 Définition 16
1.1.2 Échelle macroscopique 16
1.1.3 Échelle moléculaire 18
1.2 Utilisation du bois 21
1.3 Classement mécanique 22
1.3.1 Cadre normatif 22
1.3.2 Résistance à la flexion 25
1.3.3 Module d'élasticité axial 27
1.4 Classes de durabilité et classes d'emploi 27
1.4.1 Agents de dégradation du bois 27
1.4.2 Cadre normatif 28
1.5 Modifications du bois 31
1.5.1 Considérations générales 31
1.5.2 Modifications chimiques 32
1.5.3 Modifications thermo-hydro-mécaniques 33
1.6 Traitement thermique 34
1.6.1 Définition et applications 34
1.6.2 Historique et procédés 35

1.6.3 Modifications chimiques liées au traitement thermique 36
1.6.4 Modifications anatomiques liées au traitement thermique 38
1.6.5 Modifications physiques liées au traitement thermique 39
1.7 Contrôle des bois traités thermiquement 40
1.8 Les procédés de traitement thermique, la technologie Thermowood 41
1.8.1 Atmosphères et vecteurs thermiques 41
1.8.2 Cycle de chauffe type 43
1.8.3 Considérations énergétiques 45
1.9 Conclusions 46
2 Campagnes d'expérimentations 48
2.1 Échantillonnage 48
2.2 Traitements thermiques 50
2.3 Homogénéité du traitement 52
2.4 Essais destructifs 53
2.4.1 Flexion quatre points 53
2.4.2 Traction axiale 56
2.4.3 Traction transversale 57
2.4.4 Compression axiale 57
2.4.5 Compression transversale 58
2.4.6 Cisaillement 58
2.4.7 Résilience 59
2.4.8 Valeurs caractéristiques 59
2.4.9 Durabilité 60
2.4.10 Perte de masse 63
2.5 Essais non destructifs 66
2.5.1 Analyse vibratoire 66
2.5.2 Analyse élémentaire 68
2.6 Conclusions 69
3 Résultats et discussions 72

3.1 Performances mécaniques 72
3.1.1 Influence du traitement : éprouvettes sans défaut 72
3.1.2 Influence du traitement sur la résilience 77
3.1.3 Influence du traitement : planches de grandes dimensions 78
3.2 Durabilité 84
3.2.1 Résistance en classe d'emploi 3 84
3.2.2 Résistance en classe d'emploi 4 89
3.3 Conclusions 94
4 Recherche d'indicateurs 98
4.1 Analyse vibratoire 98
4.1.1 Estimation de la résistance en flexion 98
4.1.2 Estimation de la perte de masse 107
4.2 Analyse de la composition élémentaire 109
4.2.1 Estimation de la résistance en flexion 109
4.2.2 Estimation de la perte de masse 110
4.3 Intensité de traitement 111
4.3.1 Estimation de la résistance en flexion 111
4.3.2 Estimation de la perte de masse 113
4.4 Homogénéité du traitement thermique 115
4.5 Utilisation de plusieurs indicateurs 118
4.5.1 Estimation de la résistance en flexion 118
4.5.2 Estimation de la résistance en flexion : cas pratiques 124
4.5.3 Influence de la largeur de cernes 126
4.6 Conclusions 128
5 Conclusions et perspectives 130
5.1 Durabilité des bois traités thermiquement 130
5.2 Caractérisation mécanique des bois traités thermiquement 131
5.3 Développement d'indicateurs pour estimer l'intensité de traitement 131
5.4 Perspectives 133

Communications 136
Articles 136
Présentations 136
Posters 137
Références 138
Annexes 148

1 Le bois et le traitement thermique

1.1 Le matériau bois

1.1.1 Définition

D'après la norme européenne EN 844-1 le bois est "la matière ligneuse et cellulosique située entre la moelle et l'écorce d'un arbre ou d'un arbuste." Cette définition distingue déjà deux échelles d'observation : l'échelle macroscopique ("entre la moelle et l'écorce"), et l'échelle moléculaire ("matière ligneuse et cellulosique"). La norme française NF B 50-003 donne une définition similaire en précisant que les bambous et les palmiers ne sont pas pris en compte. Cette exception provient de leur mode de croissance : le tissu qui permet de produire des cellules et de faire grossir le diamètre du tronc des arbres n'existe pas chez les bambous et les palmiers. Cette croissance est dite secondaire, la croissance primaire étant celle qui s'opère en longueur.

La description du matériau faite dans les paragraphes 1.1.2 et 1.1.3 s'appuie sur la revue de plusieurs ouvrages [Fengel, 1984, Kollmann and Côté, 1968, Navi and Heger, 2005, Navi and Sandberg, 2012]. Le lecteur peut se référer à ces publications pour des descriptions plus approfondies.

1.1.2 Échelle macroscopique

L'organisation d'un tronc découle du mode de croissance des arbres : un arbre grandit d'abord vers le haut grâce à une croissance dite primaire. Cet allongement est assuré par le centre de la tige. Pour consolider cette structure grandissante et assurer la circulation de la sève, une croissance secondaire est nécessaire. Cet accroissement a lieu à la périphérie du tronc et fait augmenter son diamètre.

L'observation d'un tronc à l'œil nu s'effectue selon trois directions principales : les directions longitudinale (L), radiale (r), et tangentielle (t). L'axe longitudinal est parallèle à la direction principale du tronc ; c'est dans cette direction qu'a lieu la croissance primaire. L'axe radial passe par l'écorce en traversant la moelle ; c'est dans cette direction qu'a lieu la croissance secondaire. L'axe tangentiel est perpendiculaire au

plan défini par les deux premiers ; il est dit tangentiel puisqu'il est tangent aux cernes d'accroissement du tronc. Ces directions privilégiées se retrouvent dans le comportement du bois : le matériau présente un caractère anisotrope, c'est-à-dire que ses réactions ne sont pas les mêmes dans toutes les directions. Par exemple, le gonflement d'un morceau de bois suite à une reprise d'humidité est beaucoup plus important dans la direction radiale que dans la direction longitudinale. Ces directions sont illustrées Figure 2.

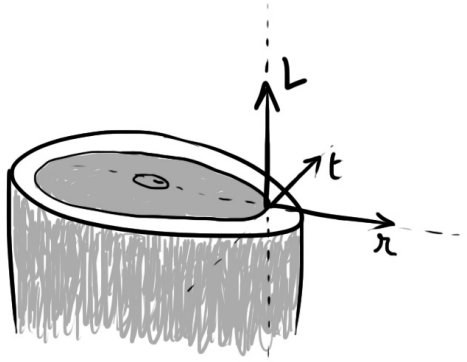


Figure 2 : Les directions longitudinale (L), radiale (r) et tangentielle (t)

Lorsque le tronc est coupé dans le plan transversal comme sur la Figure 3, plusieurs zones apparaissent entre la moelle et l'écorce.

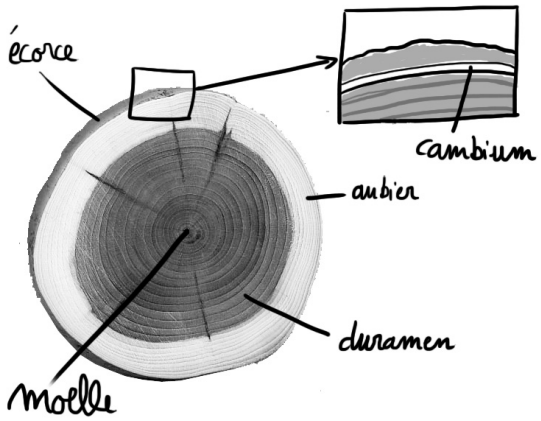


Figure 3 : Coupe d'un tronc dans le plan transversal

Le cambium est une fine couche de cellules vivantes située entre le bois et l'écorce, dont la fonction est de produire les nouvelles cellules du bois et de l'écorce. Cette couche est responsable de la croissance secondaire de l'arbre. En partant de cette couche et en allant vers le centre du tronc, le bois immédiatement rencontré est donc le

bois le plus récemment formé, il s'agit de l'aubier. Cette partie joue les rôles de conducteur de la sève et de réserves nutritives. Plus loin, le bois plus proche de la moelle est appelé duramen, ou bois parfait. Ce bois est constitué de cellules mortes dont les parois sont plus épaisses et qui apportent au tronc un soutien mécanique. Pour certaines espèces d'arbre, l'aubier et le duramen ne sont pas différenciés visuellement ; c'est le cas par exemple du hêtre, du charme, du peuplier, du sapin et de l'épicéa.

Toujours dans le plan tangentiel-radial, l'œil distingue les cernes de croissance annuelle. Dans les zones tempérées, ces cernes sont dus à l'alternance de la formation de bois au printemps et en été : en été, les cellules créées sont plus denses que celles formées au printemps, ce qui explique le contraste observé ; en automne et en hiver, l'arbre ne produit pas de bois.

1.1.3 Échelle moléculaire

Le bois est un ensemble de cellules vides qui servent pendant le vivant de l'arbre à la circulation de la sève, au maintien de l'arbre, et au stockage de nutriments. La "matière ligneuse" donnée comme définition du bois fait référence à des molécules présentes dans les cellules végétales terrestres : les lignines. Ces molécules agissent comme un ciment qui permet de lier les briques de cellulose, autre molécule végétale. La rigidité et la solidité des parois végétales sont des critères vitaux à double titre pour l'arbre : elles lui permettent de se tenir debout pour capter la lumière du soleil, de résister au vent, et assurent la résistance des tissus devant les grandes pressions nécessaires pour la circulation de la sève. Aux lignines et à la cellulose viennent se lier les hémicelluloses qui agissent également comme un liant. Ces trois familles de polymères représentent 95% en masse de la composition chimique du bois. Enfin, les extractibles et les minéraux, des composants de faibles poids moléculaires viennent compléter la liste des éléments chimiques présents dans le bois.

La cellulose est la substance chimique organique la plus abondante sur terre. Elle est le constituant principal des végétaux, et avec une proportion massique comprise entre 40 et 45% le bois n'y fait pas exception. Cette molécule peut être assimilée à une longue chaîne de plusieurs unités de glucose. C'est un polymère dont le degré de polymérisation, c'est-à-dire le nombre d'unités qui le constitue, est généralement supérieur à 5000. Deux unités de glucose formant la cellobiose sont présentées sur la Figure 4, où le nombre n est le degré de polymérisation. À l'état naturel ces chaînes s'assemblent les unes avec les autres pour former les microfibrilles de cellulose.

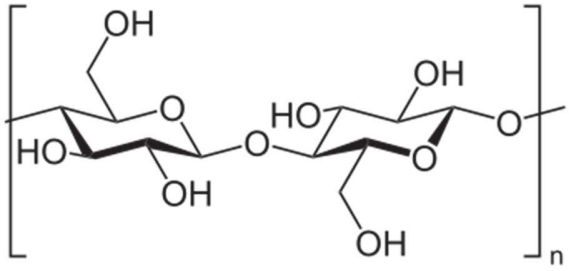


Figure 4 : Structure chimique de la cellulose

Comme la cellulose, les hémicelluloses sont des polymères constitués de l'assemblage de plusieurs sucres, mais dont la taille des chaînes est environ vingt fois plus petite que celle de la cellulose, et dont la variété est plus importante : alors que la cellulose n'est un agencement que de glucoses, il faut plus de 200 sucres différents pour décrire l'ensemble des hémicelluloses présentes dans les bois. Le xylopyranose, présent dans les feuillus, est présenté à titre d'exemple sur la Figure 5.

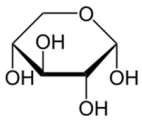


Figure 5 : Structure chimique du xylopyranose

La cellulose et les hémicelluloses sont souvent regroupées sous l'appellation de polysaccharides ou hollocellulose. Du fait de l'arrangement des microfibrilles, la cellulose a une structure compacte dite cristalline, tandis que les hémicelluloses sont dans un état plus caoutchouteux : l'état amorphe. Ces états sont en grande partie responsables de la réactivité des hémicelluloses et du relatif caractère inerte de la cellulose face aux réactions chimiques. Certaines parties des chaînes de celluloses demeurent toutefois dans un état amorphe.

Les lignines ont une structure différente des polysaccharides : ce ne sont pas des sucres, mais des composés aromatiques qui s'assemblent pour former le réseau tridimensionnel d'une molécule de lignine. Les trois briques de base sont les alcools courmaryliques, coniférIques et sinapyliques, présentés sur la Figure 6. Ceux-ci sont assemblés par des liaisons éther ($C-O-C$).

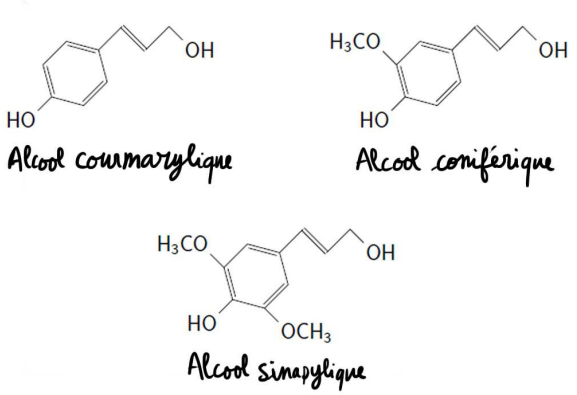


Figure 6 : Structure chimique des monolignols, principaux constituants des lignines

Ces trois familles de polymères, cellulose, hémicelluloses et lignines s'associent intimement pour construire la paroi des cellules du bois. Les microfibrilles de cellulose sont maintenues dans une matrice, mélange d'hémicelluloses et de lignines.

Les extractibles sont ainsi nommés car ils sont facilement lavés à l'aide de solvants. Ils ne font pas partie de la paroi des cellules et n'ont pas de rôle de tenue mécanique, mais représentent tout de même quelques pour-cents de la masse du bois. Ils sont notamment responsables de sa couleur, de son odeur, et de sa résistance à certaines attaques biologiques. La présence de ces extractibles est plus importante dans le duramen, ce qui explique sa couleur plus foncée et sa meilleure durabilité.

Le Tableau 1 donne les proportions des différents composants chimiques du bois. Ces proportions varient principalement en fonction de l'essence de bois considérée.

Tableau 1 : Proportions des différents composants chimiques du bois relatives à sa masse sèche [Kollmann and Côté, 1968]

Cellulose	40-50 %
Hémicelluloses	20-25 %
Lignines	10-30 %
Extractibles et minéraux	0-10 %

Enfin, l'eau est présente dans le bois tout au long de sa vie. Lorsque l'arbre est encore vivant, le bois comporte éventuellement plus d'eau que de matière sèche. Dans les métiers du bois, l'humidité $H\%$ est définie comme le rapport entre la masse d'eau et la masse sèche du bois m_s, tel que le décrit l'équation 1.1 où m_h est la masse humide du bois.

$$H\% = 100 * \frac{m_h - m_s}{m_s} \qquad (1.1.)$$

Une fois secs et prêts à être travaillés, les bois sont généralement stabilisés autour de 10 à 20% d'humidité. Pendant son utilisation, le bois se comporte comme une éponge et sa teneur en humidité dépend des conditions climatiques de son environnement. En dessous du point de saturation des fibres[1], des variations d'humidité du bois induisent directement des variations dimensionnelles, une altération des propriétés mécaniques, et une propension à être attaqué par les champignons. L'eau se trouve sous deux formes dans le bois : l'eau libre et l'eau liée. L'eau libre se trouve dans les capillarités des cellules du bois[2]. L'eau liée est absorbée par les sites hydrophiles des molécules d'hémicelluloses et de cellulose.

1.2 Utilisation du bois

Les débouchés du matériau bois s'articulent autour de trois secteurs :

- le bois d'œuvre
- le bois d'industrie
- le bois-énergie

Le bois d'œuvre est destiné principalement à la construction pour des utilisations en charpentes, bardages, terrasses, parquets, lambris et menuiserie. L'ameublement et l'emballage sont également des secteurs qui consomment du bois d'œuvre. Ce bois peut être défini d'après la forme sous laquelle il est fourni. Le bois d'œuvre est celui qui après la récolte (première transformation) est scié, tranché ou déroulé. Le tranchage et le déroulage sont deux opérations qui réalisent des produits similaires : des feuilles d'une épaisseur allant de quelques dixièmes de millimètres à quelques millimètres. Ces placages sont utilisés sans autre transformation pour la réalisation d'emballages, mais peuvent aussi être assemblés par couches successives pour former un matériau plus stable que le bois massif. Le sciage permet d'obtenir des pièces de bois de plus grandes épaisseurs que le tranchage ou le déroulage. S'ils ne sont pas utilisés en bois massif, les bois sciés peuvent aussi subir une seconde transformation pour former des produits plus élaborés, des structures plus résistantes ou de plus grandes dimensions. Les bois lamellé-collés, aboutés ou contrecollés sont des illustrations de cette seconde transformation.

[1] Le point de saturation des fibres est un taux d'humidité en dessous duquel les dimensions du bois varient.

[2] Ces capillarités sont appelées lumen.

Le bois dit d'industrie est destiné à la trituration. La trituration est l'opération qui consiste à broyer le bois et à en séparer les fibres de manière à pouvoir être employé pour la pâte à papier ou pour la réalisation de panneaux de particules et de fibres.

Enfin, le bois, au même titre que la paille, les résidus agricoles, et les liqueurs noires issues de l'industrie papetière peut être utilisé comme source énergétique pour produire de la chaleur ou de l'électricité. Cette valorisation du bois sous forme énergétique existe aussi bien à l'échelle industrielle que chez les particuliers. Les cheminées, les poêles, les chaudières, les installations de cogénération, permettent non seulement d'utiliser le tronc, mais aussi les branches de l'arbre, sous forme de bûches, de plaquettes, de granulés de bois, résultant du broyage et de la compression d'écorce et de sciures.

1.3 Classement mécanique

1.3.1 Cadre normatif

Le bois est un matériau issu d'un organisme vivant et hérite donc de la très grande variabilité génétique des individus. Les propriétés d'une planche varient selon l'arbre dont elle est issue, et selon la partie du tronc dont elle provient. Construire une structure en bois nécessite toutefois de connaître entre autres la résistance des éléments qui la constituent [3]. Depuis Janvier 2012, les directives européennes imposent aux scieurs de classer mécaniquement leur production. Ce classement destiné à des emplois en structure permet par la suite aux constructeurs de sélectionner les matériaux adaptés aux ouvrages et de les dimensionner.

La norme EN 338 sert de référence pour ce classement. Les sciages issus de bois résineux sont classés de C14 à C50 ; les feuillus de D18 à D70. Le numéro suivant la lettre des classes mécaniques correspond à la valeur minimale (en N/mm²) de la contrainte à la rupture en flexion sur champ que doit avoir un échantillon pour appartenir à cette classe. En plus de cette propriété, chaque classe possède des valeurs caractéristiques de résistances en traction, compression, cisaillement, ainsi que des valeurs de rigidités et de poids. Quatre classes sont données à titre d'exemple dans le Tableau 2.

[3] Les normes Européennes encadrant la conception des structures en bois s'appuient aussi sur la tenue dans le temps, les variations selon différentes conditions climatiques et différentes situations de calculs.

Tableau 2 : Extrait du tableau 1 de la norme EN 338

		Résineux		Feuillus	
		C30	C35	D30	D35
Propriétés de résistance (N/mm²)					
Flexion	$f_{m,k}$	30	35	30	35
Traction axiale	$f_{t,0,k}$	18	21	18	21
Traction transversale	$f_{t,90,k}$	0.4	0.4	0.6	0.6
Compression axiale	$f_{c,0,k}$	23	25	23	25
Compression transversale	$f_{c,90,k}$	2.7	2.8	8	8.1
Cisaillement	$f_{v,k}$	4.0	4.0	4.0	4.0
Propriétés de rigidité (kN/mm²)					
Module moyen d'élasticité axiale	$E_{0,mean}$	12	13	11	12
Module d'élasticité axiale (au 5e percentile)	$E_{0,05}$	8.0	8.7	9.2	10.1
Module moyen d'élasticité transversale	$E_{90,mean}$	0.40	.043	0.73	0.80
Module moyen de cisaillement	G_{mean}	0.75	0.81	0.69	0.75
Masse volumique (kg/m³)					
Masse volumique	ϱ_k	380	400	530	540
Masse volumique moyenne	ϱ_{mean}	460	480	640	650

Si un échantillon appartenant à une classe doit satisfaire à l'ensemble des valeurs listées pour cette classe, en pratique, le classement n'est effectué que d'après sa résistance en flexion, son élasticité longitudinale, et sa masse volumique, les autres propriétés étant déduites de ces trois dernières. Ces relations sont données dans le Tableau 3.

Plusieurs normes permettent d'affecter une résistance mécanique à un sciage après son examen.

La méthode la plus fiable est celle de la norme EN 384 qui consiste à tester les bois jusqu'à leur rupture, et ainsi enregistrer directement les contraintes admissibles. Cette méthode est dite destructive et présente l'inconvénient évident de ne pas pouvoir réutiliser les pièces de bois testées.

Un classement visuel permet d'assigner une classe à un sciage en fonction des défauts détectés. En France, la norme NF B52-001 distingue trois classes visuelles en fonction de critères tels que la diamètre des nœuds, la présence de fentes ou de flaches[4]... Ce classement est effectué par un opérateur certifié. En fonction de ces classes visuelles,

[4] Une flache est, d'après la norme NF EN 844-3, une portion de la surface arrondie de la bille restant apparente sur le bois scié, avec ou sans écorce.

des classes de résistances sont affectées grâce aux correspondances exprimées par la norme EN 1912.

Des machines permettent également de trier les bois selon des critères qui leur sont propres. La contrainte à la rupture ne pouvant être mesurée directement, des modèles permettent d'établir des relations entre cette propriété et d'autres mesures effectuées sur les sciages. Ces mesures non destructives peuvent faire intervenir les ondes acoustiques [Brancheriau and Bailleres, 2002], les ultrasons [Hasnikova and Kuklik, 2013, Sandoz, 1999] la diffusion de la lumière à la surface du bois [Jehl, 2012, Simonhao and Silvennoinen, 2006], la transmission de rayons X [Jehl, 2012, Lanvin et~al., 1998] ou de micro-ondes [Choffel, 1999]. Dans tous les cas, la mesure non destructive ne permet pas d'estimer avec une certitude de 100% la contrainte à la rupture en flexion : certaines pièces se retrouvent sur-classées tandis que d'autre sont sous-classées. Un trop grand nombre de pièces sur-classées met en danger la robustesse de l'ouvrage, et un trop grand nombre de pièces sous-classées est un manque à gagner. En ce sens, aucune norme ne fixe de limite au sous-classement des sciages, en revanche, l'homologation d'une machine passe par les exigences de la norme EN 14081 qui fixe la limite du nombre de sciages pouvant être surclassés.

Tableau 3 : Relations données par la norme EN 338

		Résineux	Feuillus
Propriétés de résistance (N/mm^2)			
Flexion	$f_{m,k}$	mesurée	
Traction axiale	$f_{t,0,k}$	$0.6\ f_{m,k}$	
Traction transversale	$f_{t,90,k}$	0.4	0.6
Compression axiale	$f_{c,0,k}$	$5(f_{m,k})^{0.45}$	
Compression transversale	$f_{c,90,k}$	$0.007\ \varrho_k$	$0.015\ \varrho_k$
Cisaillement	$f_{v,k}$	donné par EN 338	
Propriétés de rigidité (kN/mm^2)			
Module moyen d'élasticité axiale	$E_{0,mean}$	mesuré	
Module d'élasticité axiale (au 5^e percentile)	$E_{0,05}$	$0.67\ E_{0,mean}$	$0.84\ E_{0,mean}$
Module moyen d'élasticité transversale	$E_{90,mean}$	$E_{0,mean}/30$	$E_{0,mean}/15$
Module moyen de cisaillement	G_{mean}	$E_{0,mean}/16$	
Masse volumique (kg/m^3)			
Masse volumique	ϱ_k	mesurée	
Masse volumique moyenne	ϱ_{mean}	mesurée	

900 pièces doivent être classées pour homologuer une machine sur un produit donné (étant donnés un pays, une essence, une combinaison de classes, et des dimensions). Pour étendre l'homologation à un autre produit, seulement 450 pièces de ce produits doivent être classées. Chaque pièce possède donc une classe assignée par la machine et une classe optimale obtenue après un essai destructif. En fonction de ces deux classes, la norme EN 14081 définit des coûts élémentaires. Les coûts élémentaires pour une combinaisons de trois classes sont donnés dans le Tableau 4.

Tableau 4 : Extrait de la matrice des coûts élémentaires d'après la norme EN 14081

	Classe assignée		
Classe optimale	C30	C24	C18
C30	0.00	0.29	1.01
C24	0.83	0.00	0.69
C18	2.22	1.11	0.00

Les coûts globaux sont obtenus en multipliant ces coûts élémentaires par les effectifs de chaque combinaison (classe optimale ; classe assignée) et en divisant par le nombre de pièces assignées à la classe correspondante. Un exemple de classement est donné par la matrice de contingence du Tableau 5 dans laquelle la machine a assigné $207 + 10 + 4 = 221$ pièces en C30. Le coût global des dix pièces assignées en C30 mais dont la classe optimale est C24 est donc de $10 * \frac{0.83}{221} = 0.0$4.

Tableau 5 : Exemple de matrice de contingence

	Classe assignée		
Classe optimale	C30	C24	C18
C30	207	32	16
C24	10	168	12
C18	4	13	84

Pour être homologuée, aucun des coûts globaux correspondant aux planches incorrectement classées dans une classe supérieure ne doit dépasser 0.2.

1.3.2 Résistance à la flexion

La résistance, ou module de rupture, dépend de la sollicitation et de la direction dans laquelle elle est appliquée au matériau : la résistance en compression est plus

importante dans la direction longitudinale que dans les directions radiale et tangentielle [Navi and Sandberg, 2012].

Un essai de flexion permet de courber le matériau testé. Dans le cas d'une poutre, il consiste à rapprocher ses deux extrémités en plaçant une charge au centre de celle-ci. Une flexion pure au centre de la poutre est obtenue en répartissant la charge sur deux appuis [Brancheriau et~al., 2002].

Plusieurs facteurs intrinsèques au matériau bois influencent sa résistance en flexion :

- la pente de fil,
- la densité,
- l'humidité,
- la présence de nœuds.

La pente de fil est l'angle que forme la direction des fibres avec l'axe principal de la poutre. Lorsque cet angle augmente, la résistance diminue car les liaisons entre les fibres deviennent plus sollicitées que les fibres elles-mêmes [Pope et~al., 2005].

La résistance en flexion augmente quand la densité du bois augmente [Blomberg et~al., 2005].

L'humidité a une influence particulière sur le matériau bois : le paragraphe 1.1.3 précise que l'eau se retrouve à la fois dans les cavités des cellules et dans leurs parois. Les parois sont les premières à absorber l'eau ; quand celles-ci sont saturées, les cavités se remplissent. Cette transition s'effectue à un certain degré d'humidité appelé point de saturation des fibres (PSF). Il se situe entre 20 et 30 % [Kollmann and Côté, 1968]. Ce point est également un point d'inflexion pour les propriétés de résistances mécaniques : le module de rupture diminue entre 0 % d'humidité et le PSF car les molécules d'eau diminuent le nombre de liaisons chimiques entre les biopolymères. Passé ce seuil, la paroi cellulaire ne peut plus absorber d'eau, et la résistance à la flexion reste constante.

Les nœuds proviennent de la croissance de branches dans une direction différente de celle du tronc. Ils représentent autant de points faibles pour la mécanique des poutres en bois du fait du changement de direction des fibres (branches vivantes), voire de la discontinuité (branches mortes) du matériau autour d'eux.

1.3.3 Module d'élasticité axial

Le module élastique, module de Young, ou rigidité d'un matériau est la constante qui lie la déformation à la contrainte qui lui est appliquée. À l'image d'un ressort parfait, la loi de Hooke permet de décrire le comportement d'un matériau qui se déforme de ε proportionnellement à la contrainte σ qu'il subit :

$$\sigma = E\varepsilon \qquad (1.2.)$$

Où E est le module élastique.

Quelle que soit la sollicitation (traction, compression, flexion), il existera toujours un intervalle de contrainte dans lequel la matériau se comporte de manière élastique.

Les facteurs influençant l'élasticité du matériau bois sont les mêmes que ceux rencontrés pour le module de rupture dans le paragraphe 1.3.2.

Dans des conditions ambiantes de température et de pression (à $25\ ^{\circ}C$ et $1000\ hPa$), le bois se comporte parfaitement de manière élastique dans toutes les directions lorsque de faibles efforts (jusqu'à $30\ \%$ de l'effort de rupture) lui sont appliqués, c'est à dire qu'il se déforme de manière proportionnelle à l'effort imposé.

1.4 Classes de durabilité et classes d'emploi

1.4.1 Agents de dégradation du bois

Que ce soit au cours de sa croissance, de sa transformation ou de son utilisation finale, le bois peut être sujet à des attaques biologiques de la part de champignons ou d'insectes. Les exigences minimales des normes européennes ne requièrent que des résistances aux champignons. L'évaluation des résistances aux termites et aux insectes est classée par la norme EN 599 dans les essais "complémentaires ou locaux".

Les champignons constituent un règne qui, à l'instar des végétaux, n'a pas de chlorophylle. Ils ne peuvent donc pas produire eux-mêmes de substance organique à partir d'eau, de gaz carbonique et d'énergie solaire, comme le font les plantes vertes. Pour grandir, les champignons se nourrissent de substances organiques du bois qu'ils décomposent à l'aide d'enzymes. Les champignons les plus virulents sur le bois sont les pourritures molles, les champignons basidiomycètes (pourritures brune et blanche), et les ascomycètes (moissures).

Les moisissures ne sont responsables que de décolorations du bois, mais n'ont pas d'impact important sur les propriétés mécaniques.

La pourriture brune se nourrit d'hollocellulose, la pourriture blanche, à la fois d'hollocellulose et de lignine, tandis que la pourriture molle se nourrit surtout de cellulose. Pour une essence de bois donnée, les facteurs influençant le développement de ces champignons sont l'humidité, la température, la concentration en oxygène, et le pH.

1.4.2 Cadre normatif

Pour assurer la résistance d'un ouvrage face aux attaques de champignons, il convient d'abord de déterminer quel risque encourt cet ouvrage : le risque est par exemple plus faible dans un espace à l'abri des intempéries qu'en pleine exposition ou en contact avec le sol. Pour qualifier ce risque, la norme EN 335 décrit six classes d'emplois prenant en considération la présence plus ou moins prononcée d'eau à proximité de l'ouvrage, la classe 1 correspondant à un ouvrage à l'abri, et la classe 5 à un ouvrage en contact avec l'eau de mer. Ces classes sont décrites dans le Tableau 6.

Tableau 6 : Situations des différentes classes d'emploi d'après la norme EN 335

Classe d'emploi	Situation
1	• A l'intérieur d'une construction • Non exposé aux intempéries et à l'humidification
2	• Sous abri • Humidifications possibles par condensation occasionnelles
3.1	• Au-dessus du sol • Exposé aux intempéries • Le bois ne reste pas humide • L'eau ne s'accumule pas
3.2	• Au-dessus du sol • Exposé aux intempéries • Bois humide pendant de longues périodes • L'eau peut s'accumuler
4	• Contact direct avec le sol ou l'eau douce
5	• Bois en contact avec l'eau de mer

La norme FD P20-651 précise davantage ces classes d'emploi en fonction de la massivité et la conception de l'ouvrage, et des conditions climatiques locales.

Une fois la classe d'emploi déterminée, il convient de choisir l'essence de bois adaptée, et si elle n'est pas adaptée, de la traiter en conséquence. C'est la norme EN 350-1 qui distingue les classes de durabilité du matériau. Les tests de durabilité consistent à mettre en contact un échantillon de bois avec des agents de dégradation. La dégradation due aux attaques fongiques se mesure d'après la variation de masse WL (Weight Loss) entre avant et après l'exposition comme le décrit l'équation 1.3.

$$WL = 100 * \frac{m_{s_1} - m_{s_2}}{m_{s_1}} \qquad (1.3.)$$

Où m_{s_1} et m_{s_2} sont les masses sèche de l'éprouvette avant et après exposition à la source fongique.

En fonction des résultats de ces tests, une classe de durabilité est attribuée à l'échantillon. D'après la norme XP CEN/TS 15083-1, la perte de masse due à l'attaque fongique permet directement d'attribuer une classe de durabilité lorsqu'il s'agit d'évaluer la résistance aux champignons basidiomycètes. Ce classement sera utilisé en 3.2.1. Pour déterminer la résistance à la pourriture molle, la classe de durabilité est donnée en foncion du rapport de durabilité x, qui doit être le rapport entre la perte de masse médiane de l'échantillon étudié et celle d'un échantillon de référence.

$$x = \frac{WL_{echantillon}}{WL_{temoin}} \qquad (1.4.)$$

Le Tableau 7 donne les classes de durabilté en fonction de x au sens de la norme EN 350.

A titre d'exemples, le hêtre et l'aubier de pin sylvestre sont non durable, tandis que le chêne ou le châtaignier purgés d'aubier sont très durables.

Tableau 7 : Classes de durabilité attribuées en fonction du rapport de durabilité x d'après la norme EN 350

Classe de durabilité	Description	Résultats des essais de laboratoire exprimés en valeur de x
1	Très durable	$x \leq 0.15$
2	Durable	$0.15 \leq x \leq 0.30$
3	Moyennement durable	$0.30 \leq x \leq 0.60$
4	Faiblement durable	$0.60 \leq x \leq 0.90$
5	Non durable	$0.90 \leq x$

Enfin, la norme EN 460 établie une correspondance entre la durabilité des bois et la classe d'emploi. Le Tableau 8 est extrait de cette norme. Si les classes d'emploi et les classes de durabilité sont déterminées avec une précision relativement bonne, ce tableau montre que le lien entre les deux peut être sujet à discussion en l'absence de certification du produit.

A ce niveau, la norme FD P20-651 apporte des informations plus précises sur les durées de vies des essences naturelles. Cette norme détaille par exemple que le frêne non traité a une longévité supérieure à cent ans en classe d'emploi 1, entre cinquante et cent ans en classe d'emploi 2, entre dix et cinquante and en classe d'emploi 3.1, une longévité inférieure à 10 ans à partir de la classe d'emploi 3.2.

Tableau 8 : Correspondance entre classes d'emploi et classes de durabilité selon EN 460

	Classe de durabilité				
Classe d'emploi	1	2	3	4	5
1	0	0	0	0	0
2	0	0	0	(0)	(0)
3	0	0	(0)	(0)-(x)	(0)-(x)
4	0	(0)	(x)	x	x
5	0	(x)	(x)	x	x

Légende :
0 : durabilité naturelle suffisante
(0) : durabilité naturelle normalement suffisante mais pour certains emplois, un traitement de préservation peut être recommandé
(0)-(x) : la durabilité naturelle peut être suffisante, mais en fonction de l'essence, de sa perméabilité et de son emploi, un traitement de préservation peut s'avérer nécessaire
(x) : le traitement de préservation est normalement recommandé, mais pour certains emplois, la durabilité naturelle peut être suffisante
x : traitement de préservation nécessaire

1.5 Modifications du bois

1.5.1 Considérations générales

Malgré les opérations de transformation, le bois naturel peut ne pas toujours satisfaire les exigences du produit final. Ces exigences, liées aux possibilités qu'offrent cette matière première, ont permis de développer des techniques de modifications pour améliorer les propriétés du matériau en vue d'utilisations particulières.

Certaines transformations du bois ont été citées dans le paragraphe 1.2 : le broyage et le collage sont des opérations qui permettent de s'affranchir de certaines contraintes naturelles du bois. L'aboutage de plusieurs poutres rend possible la conception d'ouvrages dont les dimensions sont plus grandes que celles des arbres. Le collage de plusieurs placages permet de diminuer l'impact mécanique de défauts présents dans le bois massif (un nœud par exemple). Le terme de transformation fait référence à une opération mécanique sur le matériau, alors que le terme de modification sera plus adapté à un changement à l'échelle de la paroi des cellules du bois. Un changement à l'échelle moléculaire peut être souhaité pour améliorer la stabilité dimensionnelle, la durabilité, la résistance au feu, diminuer l'anisotropie du matériau, voire pour des raisons esthétiques.

Navi [Navi and Sandberg, 2012] distingue deux types de modifications : les modifications chimiques et les modifications thermo-hydro-mécaniques. Les modifications thermo-hydromécaniques sont des opérations ayant une incidence sur les composants chimiques du bois mais se distinguent des modifications chimiques par le fait de ne nécessiter aucun réactif supplémentaires que ceux déjà présents dans le bois (cellulose, hémicelluloses, lignines et eau).

1.5.2 Modifications chimiques

Le bois peut être utilisé comme une source de composants chimiques, sans que l'intégrité de la paroi cellulaire ne soit conservée. Dans ce cas, les microfibrilles de celluloses sont désolidarisées, leur structure cristalline est détruite et la cellulose est rendue soluble pour la production d'huile ou de nitrocellulose [Appel et~al., 1975, Sun et~al., 2010, Yao et~al., 1994]. La séparation des microfibrilles de cellulose connait aussi ces dernières années un essor particulier grâce au développement des nanotechnologies. Les cristaux et les microfibrilles de cellulose sont utilisés en particulier dans le domaine du papier et de l'emballage pour leur grande résistance mécanique et leurs propriétés barrières [Bras et~al., 2011, Missoum et~al., 2013].

Les traitements chimiques qualifiés de doux [Navi and Sandberg, 2012] permettent de conserver l'intégrité du matériau. Les parties réactives (parties amorphes) de la paroi sont modifiées sans que la structure cristalline ne soit affectée. Dans ce cas de figure, la microstructure et l'aspect du matériau sont peu modifiés. Mais l'amélioration d'une des propriétés peut selon les traitement se faire au détriment d'une autre [Norimoto et~al., 1993]. Lorsqu'il s'agit d'améliorer la résistance aux attaques fongiques ou la stabilité dimensionnelle, le principe de tels traitements est souvent de diminuer l'affinité du bois avec l'eau : l'eau est nécessaire à la croissance des champignons, et à l'image d'une éponge, elle est aussi responsable des gonflements ou retraits des parois cellulaires du bois, entraînant des variations dimensionnelles à l'échelle macroscopique. Cette affinité provient des groupements hydroxyles (couples d'atomes d'oxygène et d'hydrogène) présents en grand nombre dans les bio-polymères. Ce sont donc ces groupes qui seront visés lors de la modification chimique du bois. Les procédés d'acétylation [Brelid et~al., 1999] et de furfurylation [Esteves et~al., 2011] peuvent être cités à titre d'exemples comme méthodes récentes de modification du bois.

1.5.3 Modifications thermo-hydro-mécaniques

Les traitements thermo-hydro-mécaniques désignent un éventail large de modifications du bois : séchage, cintrage, compression, soudage, traitement thermique…

Le premier "traitement thermique" que subit le bois d'œuvre est le séchage [Kollmann and Côté, 1968]. La diminution de la teneur en eau du bois commence à l'air libre immédiatement après la coupe de l'arbre, et est souvent accélérée dans des séchoirs jusqu'à atteindre une humidité d'environ $10-20\%$. L'utilisation de séchoirs diminue le temps de séchage et, en plus de rendre la ressource plus rapidement disponible, réduit la période pendant laquelle le bois est susceptible d'être attaqué par la pourriture ou les insectes. Le bois ainsi séché cumule de nombreux avantages en comparaison avec son état humide : il est moins sensible au bleuissement et aux attaques de champignons et d'insectes, se déforme moins, est plus léger, possède de meilleures propriétés mécaniques, et devient un meilleur support pour les peintures et vernis.

Le cintrage illustre bien l'influence que peuvent avoir les actions combinées de l'eau, de la chaleur et de forces mécaniques sur le bois. Cette opération qui consiste à donner une forme de manière permanente à une pièce de bois se déroule en trois étapes [Norimoto and Gril, 1989] : l'humidification et la chauffe du matériau pour dépasser le température de transition vitreuse, le cintrage, et le maintien. La saturation en eau et la chauffe rendent les chaînes de polymères plus mobiles les une par rapport aux autres, permettant ainsi de déformer les pièces de bois de manière importante sans les casser.

Tandis que certains traitements chimiques tendent à remplir les cellules du bois pour ne plus laisser de place à l'eau, il est possible de densifier le bois par compression [Fang et~al., 2012]. La densification s'accompagne d'une amélioration des propriétés mécaniques : Kollman établie pour le chêne et l'épicéa une relation linéaire entre leurs masses volumiques et leurs rigidités [Kollmann and Côté, 1968]. Le cas de l'épicéa est illustré Figure 7.

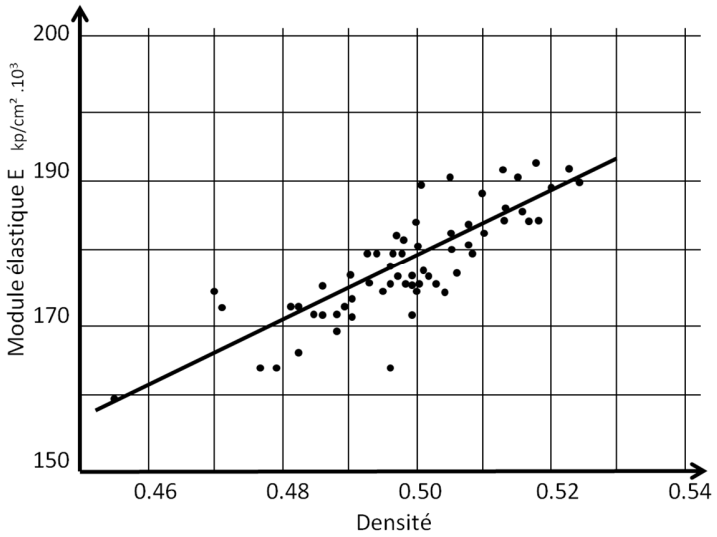


Figure 7 : Évolution du module élastique en fonction de la masse volumique pour l'épicéa [Kollmann and Côté, 1968]

La liste des modifications thermo-hydro-mécaniques qui viennent d'être décrites n'est pas exhaustive. L'explosion du bois grâce à des pressions élevées de vapeur d'eau est par exemple un autre procédé qui permet de séparer les fibres les unes des autres [Schultz et~al., 1984]. Beaucoup de ces traitements du bois sont connus depuis plusieurs centaines d'années (le brûlage en surface), certains sont aujourd'hui industrialisés (le traitement thermique), et d'autres sont toujours en cours de développement (le soudage par friction[5]).

1.6 Traitement thermique

1.6.1 Définition et applications

La norme CEN/TS 15679 définit le bois modifié thermiquement comme un "bois dans lequel la composition des parois cellulaires et les propriétés physiques sont modifiées par l'exposition à une température supérieure à 160 °C et à des conditions de disponibilité réduite en oxygène. Le bois est modifié de telle manière qu'au moins certaines des propriétés du bois sont affectées de manière permanente dans la masse du bois." L'apport seul de chaleur, suffit donc à traiter thermiquement le bois, à la condition que cette chaleur soit diffusée dans la masse.

[5] Le soudage par friction est une technique qui consiste à lier deux pièces de bois en quelques secondes sans utiliser d'adhésif. L'adhésion est due à l'enchevêtrement de fibres dans une matrice de cellules fondue et durcie.

Les bois traités thermiquement sont utilisés aussi bien en intérieur qu'en extérieur. En intérieur, ils élargissent la gamme des parquets et des menuiseries en offrant des teintes plus foncées que les bois non traités. En extérieur, leurs meilleures durabilité et stabilité dimensionnelle permettent des usages en bardage, terrasse, et mobilier. Le marché de l'artisanat est souvent peu considéré à cause des faibles volumes qu'il représente, mais cela reste un débouché qui permet d'étendre la visibilité des bois chauffés.

1.6.2 Historique et procédés

Les premières études concernant le traitement thermique du bois commencent à partir des années 1950 aux États-Unis avec le procédé Staybwood qui consiste à mettre le bois en contact avec un métal en fusion. L'objectif de ce procédé est alors d'améliorer la stabilité dimensionnelle du bois. Stamm parvient à produire un bois 60% plus stable qu'un bois non traité, mais les pertes de résistances mécaniques sont alors estimées trop importantes pour que cette idée soit industrialisée [Stamm et~al., 1960].

Après le premier choc pétrolier en 1973, la filière bois connait un essor dû à l'intérêt porté sur la filière bois énergie. C'est en cette période que Bourgois et Guyonnet entament des recherches sur la pyrolyse ménagée du bois [Bourgois and Guyonnet, 1988] : le pin torréfié est alors observé pour son rendement énergétique plus élevé que le pin non traité. Dans cette même étude, l'accent est aussi mis sur le caractère plus hydrophobe du pin après traitement. L'intérêt du traitement thermique est double pour des applications énergétiques : le bois chauffé est un matériau dont le rendement énergétique est important et dont la résistance mécanique moindre est intéressante pour son broyage [Pierre et~al., 2011]. Ces recherches conduisent cette fois à l'industrialisation et la commercialisation de bois chauffés entre 210 et 240 °C [Vernois, 2001].

Ces recherches s'étendent rapidement à d'autres pays avec en premier chef, l'Allemagne [Rapp and Sailer, 2000], la Finlande [Shi et~al., 2007], et les Pays-Bas [Boonstra et~al., 1998]. Chaque pays développe sa propre technologie de traitement thermique du bois. Le principe reste toujours le même : chauffer le bois dans la masse, mais le vecteur thermique est le premier facteur qui différencie un procédé d'un autre. Afin que l'atmosphère soit pauvre en oxygène, l'air de l'enceinte de chauffage est le plus souvent remplacée par de l'azote, de la vapeur d'eau, de l'huile végétale, ou du vide. Certains procédés introduisent également une surpression de plusieurs bars dans l'enceinte de traitement [Ding et~al., 2011]. Ces différences induisent des plages de températures et des temps de cuisson variables d'un four à l'autre. D'une manière générale, le bois traité thermiquement est chauffé entre 140 et 250 °C sur des périodes allant de 12 à 100 heures. Ces chiffres, en plus de varier d'une technologie à l'autre,

dépendent fortement de l'essence traitée, des propriétés attendues pour le produit final, et du savoir-faire du pilote du four.

1.6.3 Modifications chimiques liées au traitement thermique

Comme mentionné au paragraphe 1.1.3, le bois est constitué de trois biopolymères principaux (cellulose, hémicelluloses, lignines), d'extractibles, et d'eau. Les réactions de chacun de ces composants dépendent de la plage de température dans laquelle il se trouve.

Quel que soit le procédé de traitement thermique utilisé, la première transformation qui a lieu au cours du traitement est celle du séchage : l'eau libre et l'eau liée sont évaporées entre 80 et 120 °C jusqu'à ce que le bois soit dans un état anhydre [Weiland et~al., 1998]. Il réabsorbera après le traitement une certaine quantité d'eau pour retrouver un équilibre hygroscopique [Todaro et~al., 2012].

À partir de 180 °C, les biopolymères se dégradent. Une partie des produits de dégradation se volatilisent, tandis que d'autres se condensent avec les lignines [Windeisen and Wegener, 2008]. La thermodégradation des hémicelluloses est souvent mise en avant pour expliquer le caractère plus hydrophobe et la meilleure durabilité des bois chauffés [Gonzalez-Pena et~al., 2009, Tjeerdsma et~al., 1998], mais l'analyse des produits de dégradation a permis de montrer que les lignines sont les premières à être modifiées par l'action de la chaleur [Candelier et~al., 2013c]. Ces dernières subissent tantôt des dégradations dont les produits sont retrouvés dans les extractibles des bois chauffés, tantôt des réactions de condensation [Windeisen and Wegener, 2008].

Les réactions d'hydrolyses conduisant au clivage des chaînes des biopolymères sont rendues possibles et accélérées par la présence d'acides [Garotte et~al., 1999]. Les acides formiques et acétiques sont naturellement présents dans le bois, mais leur quantité augmentent pendant le traitement thermique, due en particulier chez les bois feuillus à la dégradation des glucoroxylanes [Sundqvist et~al., 2006]. La dégradation des hémicelluloses conduit également à la formation de furfural et d'hydroxyméthylfurfural qui sont respectivement les produits de dégradation des sucres à cinq et six carbones [Tjeerdsma et~al., 1998]. Malgré la réaction rapide de la lignine à de basses températures, les hémicelluloses demeurent les composants les plus affectés par le traitement thermique, et leur taux diminue fortement quand l'intensité du traitement augmente, alors que les produits de dégradation de la lignine se retrouvent dans la lignine elle-même et dans les extractibles [Esteves et~al., 2008].

La cellulose reste plus stable que les autres constituants grâce à son organisation cristalline : les groupements hydroxyles permettant les réactions de dégradation sont

beaucoup moins accessibles que ceux des hémicelluloses [Fengel, 1984]. La dégradation des parties amorphes du matériau conduit même à une augmentation de la cristallinité [Pétrissans et~al., 2003, Sivonen et~al., 2002]. Pour expliquer cette augmentation Tanahashi [Tanahashi et~al., 1989] propose le mécanisme suivant :

- Les parties amorphes sont hydrolysées.
- La mobilité des chaînes de cellulose augmente.
- Les chaînes se réarrangent pour former de nouveaux cristaux.
- Certains cristaux fusionnent entre eux pour en former de plus gros.

Akgül avance aussi que les hémicelluloses ont une propension à cristalliser [Akgül et~al., 2007]. Avec des traitements plus sévères, la cellulose peut également être dégradée sous l'action seule de la chaleur, mais il faut attendre des températures de l'ordre de $300\ ^{\circ}C$ pour observer ce phénomène [Ganne-Chedéville, 2008].

Enfin, la plupart des extractibles présents initialement dans le bois disparaissent pendant le traitement thermique, mais sont remplacés par des produits de la dégradation des hémicelluloses et des lignines, allant jusqu'à accroitre le taux d'extractibles après traitement [Bourgois and Guyonnet, 1988, Hakkou et~al., 2005].

L'ensemble de ces réactions dépend de la composition chimique des échantillons traités. Ainsi, il a été observé que les conifères étaient moins réactifs, donc moins dégradés que les bois feuillus avec le traitement thermique [Chaouch et~al., 2010]. La cinétique de perte de masse (ML pour Mass Loss) due au traitement est illustrée sur la Figure 8 pour le pin, le sapin, le peuplier, le hêtre et le frêne.

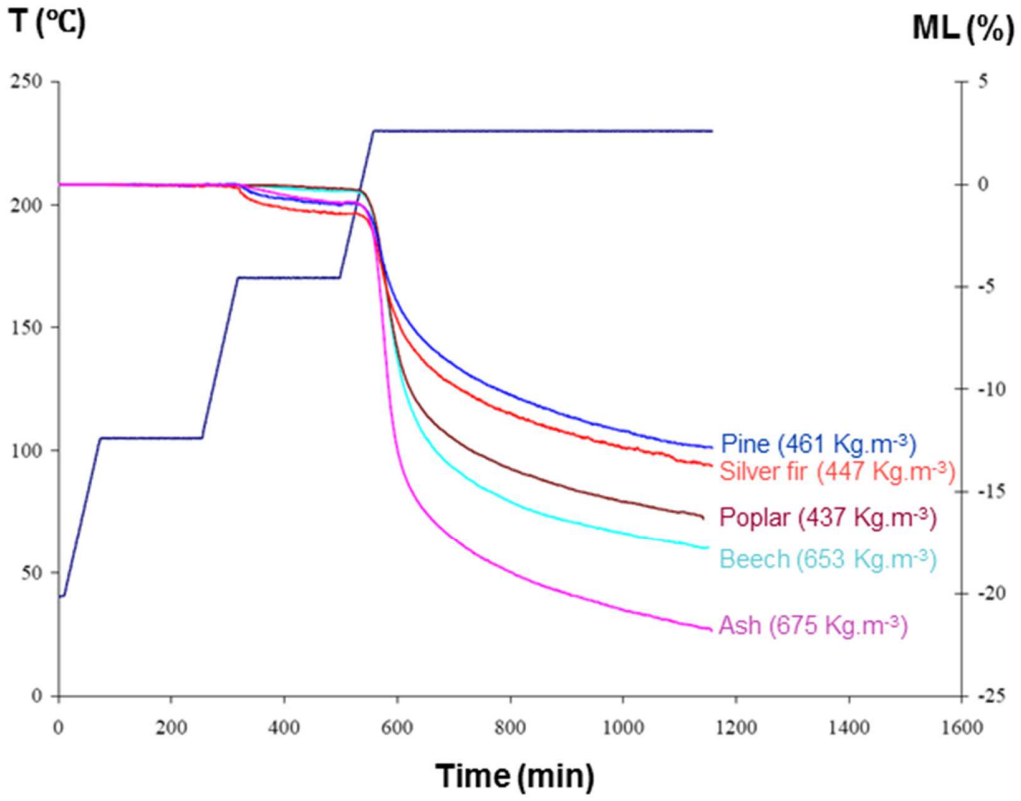


Figure 8 : Évolution de la perte de masse avec une même consigne de température pour plusieurs essences [Chaouch et~al., 2010]

Ces différences de thermodégradation sont expliquées par des différences de densités, de taux d'extractibles, de tailles des cristaux de cellulose et de réactivité des hémicelluloses selon leur nature [Chaouch et~al., 2010, Poletto et~al., 2012].

1.6.4 Modifications anatomiques liées au traitement thermique

L'organisation des cellules et de la structure poreuse des bois chauffés ne sont pas perturbées par le traitement thermique [Mburu et~al., 2007, Rousset et~al., 2004], mais des fissures peuvent se former avec le traitement thermique [Boonstra, 2008].

Avec les conifères, ces fissures apparaissent le long des cernes annuels d'autant plus que ceux-ci sont fortement rapprochés, c'est-à-dire lorsque la croissance de l'arbre a

été lente. Avec les bois feuillus, ce sont les vaisseaux [6] qui semblent les plus affectés. Des fissures radiales apparaissent aussi le long de rayons ligneux [7] [Boonstra, 2008].

1.6.5 Modifications physiques liées au traitement thermique

Le premier changement visible d'un bois traité thermiquement est celui de sa couleur : un bois cuit est plus foncé qu'un bois non traité [Yao et~al., 2012]. Ahajji corrèle cette évolution avec la concentration de produits de dégradation de la lignine [Ahajji et~al., 2009]. Cette teinte est un argument de vente pour les applications en intérieur. En extérieur, les bois chauffés grisent rapidement avec la pluie et les rayons ultra-violets du soleil. La Figure 9 montre la différence de coloration entre une planche naturelle et une planche chauffée.



Figure 9 : Frêne non traité (à gauche) et frêne traité thermiquement à 210 °C (à droite)

Si le traitement thermique permet d'agrandir la gamme des produits sur le marché des parquets grâce à leurs couleurs, c'est surtout les propriétés hydrophobes et antifongiques des bois traités thermiquement qui ont permis de développer les technologies de chauffe du bois : le traitement thermique a pour effet de diminuer le PSF du bois chauffé, réduisant ainsi ses variations dimensionnelles avec un climat changeant [Almeida et~al., 2009]. Cette diminution de l'absorption d'eau pourrait être un argument en faveur de la meilleure résistance aux attaques fongiques des bois chauffés, mais les modifications des biopolymères sont un facteur plus important [Sustersic et~al., 2010].

La modification des composants des cellules se traduit également par une diminution de la diffusivité de la vapeur d'eau à travers le bois [Rousset et~al., 2004].

[6] Les vaisseaux sont des cellules de diamètre important présentes dans les bois feuillus et dont le rôle est d'assurer la conduction des fluides dans l'arbre.

[7] Les rayons ligneux sont des cellules qui sont orientées dans la direction radiale. Elles participent au soutien de l'arbre.

Enfin, la dégradation des biopolymères avec la chaleur n'est pas sans conséquence sur les propriétés mécaniques des bois traités thermiquement [Kocaefe et~al., 2007, Korkut et~al., 2008]. Contrairement à la technique de densification, les effets sur les performances mécaniques ne sont pas favorables dans le cas du traitement thermique puisque la plupart des propriétés de résistance sont diminuées [Scheiding et~al., 2005, Tasdemir and Hiziroglu, 2014].

1.7 Contrôle des bois traités thermiquement

Le paragraphe 1.6 montre que les modifications du matériau bois dues au traitement thermique sont nombreuses. Les producteurs de bois traités thermiquement doivent donc fournir à leurs clients des garanties quant à la tenue de ce nouveau matériau aussi bien face aux attaques des champignons et des micro-organismes que devant des contraintes mécaniques. Les principaux paramètres mis en avant pour définir l'intensité de traitement sont le temps et la température d'exposition [Kocaefe et~al., 2008]. Ces paramètres ont l'avantage d'être communs à toutes les technologies de traitement thermique. Néanmoins, aucun modèle opérationnel sur site industriel ne permet aujourd'hui de relier les données de temps et de température à la durabilité ou aux performances mécaniques des bois traités thermiquement. La difficulté à relier directement les paramètres du procédé aux propriétés du matériau modifié vient du fait que le maintien d'une température donnée pendant un temps donné aura une influence différente sur le bois selon l'essence traitée [Chaouch et~al., 2010] et selon le procédé utilisé [Ding et~al., 2011]. L'estimation des propriétés de durabilité et des performances mécaniques du bois traité thermiquement passe donc par des indicateurs propres au produit chauffé.

La couleur du hêtre chauffé a permis à Todorovic de prédire sa densité et sa résistance à la flexion [Todorovic et~al., 2012].

Gonzalez-Pena utilise la spectroscopie infrarouge pour caractériser plusieurs propriétés mécaniques du pin, de l'épicéa, et du hêtre modifiés thermiquement [Gonzalez-Pena and Hale, 2011].

Wahl met en relation la géométrie de l'ellipse que forme le rayon incident d'un laser sur le bois et la température de traitement du pin et du hêtre chauffé [Wahl et~al., 2004].

Sachant que le traitement thermique modifie les biopolymères du bois, la composition du bois après traitement apparaît également comme un bon indicateur pour prédire ses propriétés de durabilité [Chaouch et~al., 2010, Inari et~al., 2009,

Sustersic et~al., 2010]. L'analyse élémentaire permet de déterminer les quantités d'oxygène et de carbone présentes dans les cellules du bois ; une relation linéaire fait correspondre ces quantités avec la perte de masse due au traitement thermique.

De façon plus orientée sur la dégradation des composants du bois que sur leur modification, un des indicateurs les plus considérés est celui de la perte de masse due à la thermodégradation [Korosec et~al., 2009, Welzbacher et~al., 2009]. Certains produits de la dégradation thermique du bois s'étant volatilisés pendant le traitement, la perte de masse peut être obtenue par pesée des planches avant et après traitement. En particulier, cette perte de masse montre une bonne corrélation avec la résistance aux champignons basidiomycètes. Cette relation est illustrée sur la Figure 10.

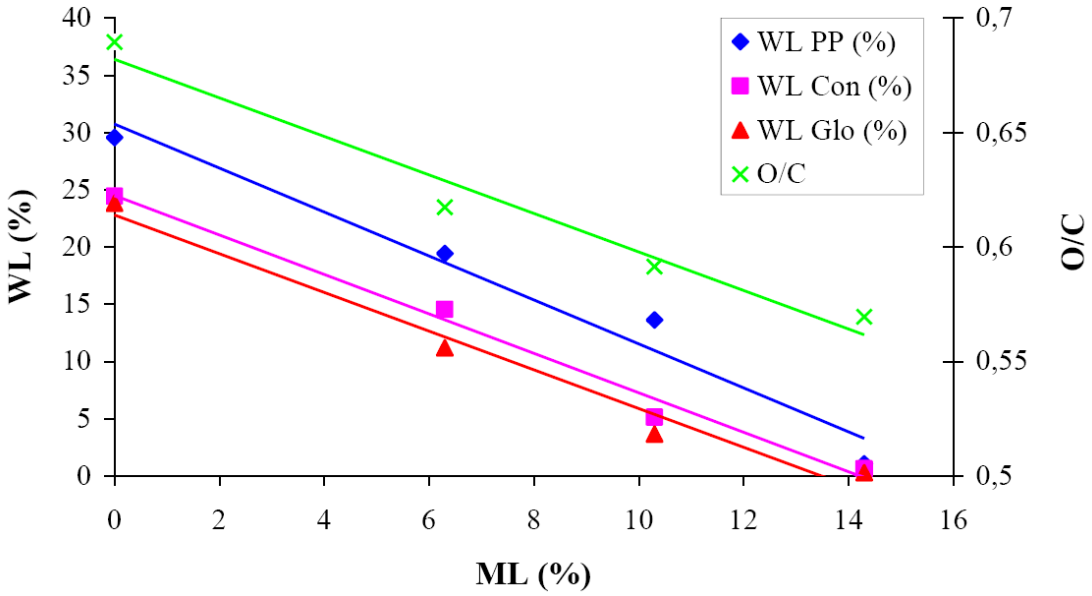


Figure 10 : Évolution de dégradation due aux champignons WL en fonction de la perte de masse liée au traitement thermique ML du frêne ; les sources fongiques utilisées sont le *Poria placenta* (PP), le *Coniophora puteana* (Con), et le *Gloeophyllum trabeum* (Glo) [Chaouch, 2011]

1.8 Les procédés de traitement thermique, la technologie Thermowood

1.8.1 Atmosphères et vecteurs thermiques

Les différentes solutions industrielles développées pour procéder à une pyrolyse ménagée du bois consistent à réduire la quantité d'oxygène dans l'enceinte de traitement, et à choisir un vecteur thermique pour apporter de l'énergie au bois. L'atmosphère peut donc être remplacée par les gaz de pyrolyse, de l'azote, de la vapeur d'eau, de l'huile ou

un vide partiel. La transmission de la chaleur au bois est assurée soit par convection, soit par conduction par plaques. Parmi les technologies de traitement thermique disponibles, le procédé finlandais Thermowood a été préféré par Bois Durables de Bourgogne.

Ce procédé s'appuie sur l'injection de vapeur d'eau à la pression atmosphérique, ce qui permet au bois d'être modifié à des températures plus basses et sur des durées plus courtes que les procédés dont le vecteur thermique ne fait pas intervenir d'eau. L'apport de chaleur au bois est assurée par convection. Deux ventilateurs placés de part et d'autre de la chambre de traitement assurent la circulation de l'atmosphère à travers les piles de bois. Le sens de circulation est alterné toutes les vingt minutes de manière à ce que le gradient du au refroidissement de l'air au court de sa circulation soit réparti dans le temps entre les deux côtés de la chambre de production. La montée en température est permise grâce à une batterie de chauffe alimentée par une huile thermique. Cette même huile est utilisée pour chauffer l'eau qui est vaporisée dans la chambre. La Figure 11 illustre simplement le fonctionnement du four pendant le traitement thermique.

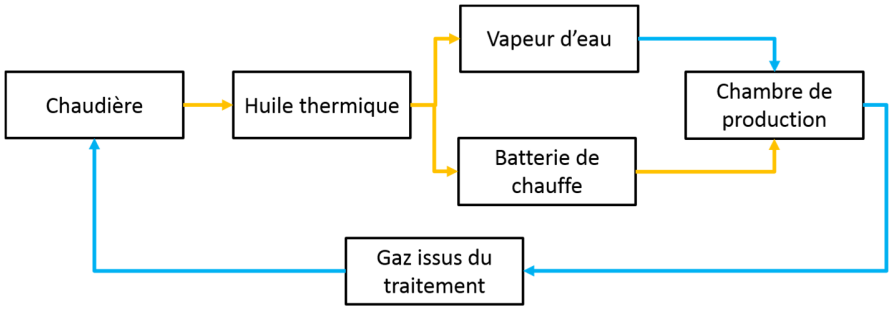


Figure 11 : Schéma illustrant les flux de chaleur (en orange) et de matières (en bleu) dus au traitement du bois avec le procédé Thermowood

Le design de la chambre de production est schématisé sur la Figure 12 sur laquelle la double-flèche rouge illustre le flux d'air traversant la batterie de chauffe et la pile de bois. Le sens de circulation est alterné à une fréquence définie par l'opérateur.

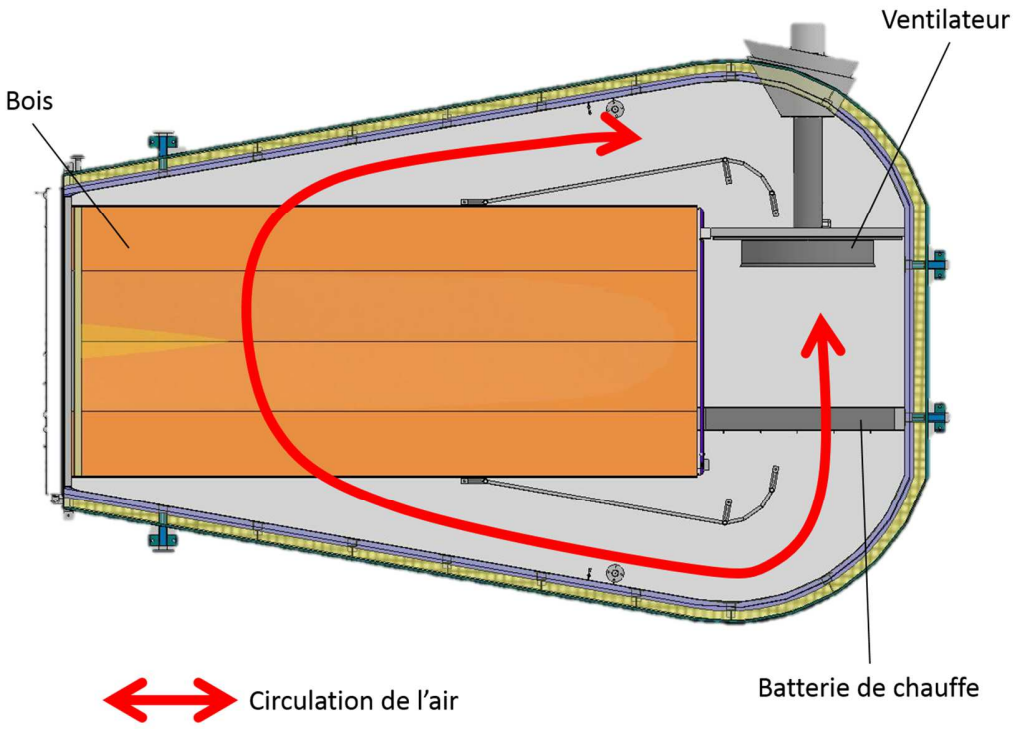


Figure 12 : Schéma d'un four Thermowood tel qu'il a été construit chez Bois Durables de Bourgogne

1.8.2 Cycle de chauffe type

La plupart des cycles développés chez Bois Durables de Bourgogne peuvent se décomposer en cinq étapes :

1. Préchauffage : le bois est chauffé avec de la vapeur d'eau jusqu'à 30 °C. La température et l'humidité sont rendues homogènes dans le lot. Cette première phase ne doit pas être trop longue afin que le bois ne reprenne pas trop d'humidité.
2. Chauffe : la température est rapidement augmentée jusqu'à 100 °C. L'air chaud est utilisé en plus de la vapeur pour chauffer l'enceinte du four.
3. Séchage : la vitesse de montée en température est ralentie jusqu'à 140 °C afin de permettre au bois de sécher complétement jusqu'à atteindre un degré d'humidité proche de 0%.
4. Traitement thermique : la température la plus haute atteinte est dite "température de traitement". Celle-ci est maintenue pendant deux heures.

La température maximale pouvant être atteinte avec cette technologie est de 245 °C.

5. Refroidissement : le four est refroidi d'abord avec de la vapeur d'eau, puis directement avec des vaporisateurs. Cette étape a l'avantage de ré-humidifier le bois après le traitement thermique, ce qui lui permet de ne pas subir de choc hygroscopique avec l'humidité de l'air ambiant en sortie de four.

La Figure 13 est celle qui est proposée par le manuel Thermowood [Finnish Thermowood Association,].

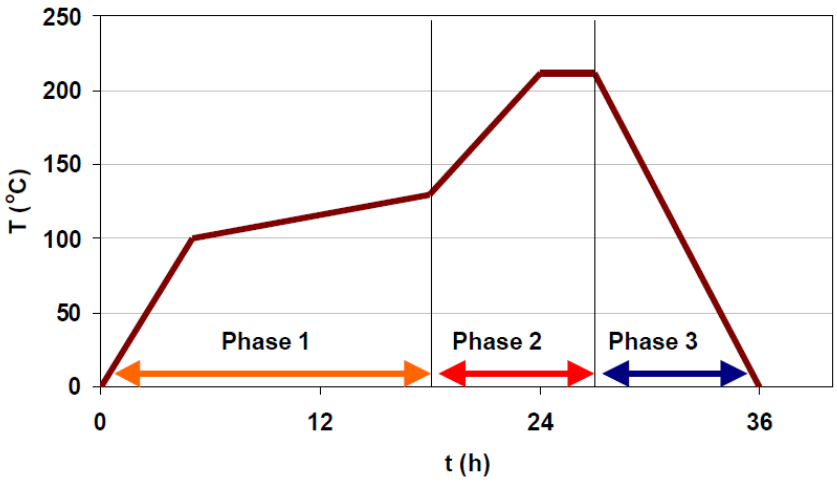


Figure 13 : Cycle type tel qu'il est proposé dans le manuel Thermowood [Finnish Thermowood Association]

Chacune de ces étapes se décompose elle-même en plusieurs consignes. Ces consignes portent uniquement sur la température du bois mesurée à cœur et sur celle de l'air. Des temps minimum de maintien peuvent être imposés, mais de manière générale, la durée des étapes est guidée par la seule réaction du bois, c'est-à-dire qu'une consigne de température n'est donnée que lorsque la précédente est atteinte. Avec ce procédé, selon l'essence et l'épaisseur des planches traitées, la durée totale d'un traitement s'étale entre trente cinq et cent heures.

La température du bois est une valeur moyenne mesurée sur huit thermocouples qui sont insérés dans huit planches différentes. Ces huit planches sont positionnées sur le côté du chargement. La température au centre du chargement n'est donc pas considérée, mais les huit planches sélectionnée sont suffisament distantes en hauteur et en profondeur dans le four pour estimer la température du bois de manière globale. L'homogénéité du traitement est garantie par la bonne ventilation de l'atmosphère à travers les piles de bois. Ce point sera vérifié au paragraphe 4.4.

1.8.3 Considérations énergétiques

La ressource énergétique principale permettant de faire fonctionner le procédé Thermowood en alimentant la chaudière est le gaz naturel. Cette consommation est l'impact environnemental le plus important lorsqu'est effectuée une analyse de cycle de vie d'un produit Thermowood. A terme, cet impact pourra être réduit lorsqu'un nombre plus important de fours fonctionnant sur un même site justieferont l'installation d'une chaudière biomasse.

1.9 Conclusions

L'influence du traitement thermique sur le bois et ses conséquences en termes de durabilité et de résistance mécanique ont été beaucoup étudiées.

Les modifications chimiques liées au traitement thermique sont l'aspect qui fait l'objet des plus nombreuses observations car beaucoup de propriétés des bois chauffés en découlent. En particulier, la résistance aux champignons basidiomycètes est améliorée grâce à la dégradation des hémicelluloses, un changement structurel des lignines, et la production d'extraits aromatiques issus de la dégradation des lignines. Ces réactions se traduisent par une diminution du taux d'oxygène dans le matériau et une augmentation relative du taux de carbone. La perte de masse anhydre *ML* est généralement considérée comme un bon indicateur de l'intensité de traitement et du degré global de dégradation des biopolymères.

Alors qu'il est communément admis que les bois chauffés peuvent avoir une durabilité suffisante pour des emplois en classe 3, très peu de travaux portent sur leur propension à être utilisés en classe d'emploi 4, c'est-à-dire en contact avec le sol.

D'un point de vue mécanique, l'ensemble des propriétés listées par la norme de classement EN 338 est rarement étudié dans sa globalité, et c'est souvent la résistance en flexion seule qui est mesurée pour illustrer la dégradation des propriétés mécaniques.

Enfin, aucune méthode n'a encore été mise en avant comme pouvant être employée dans un contexte industriel pour estimer de manière continue la durabilité ou la résistance mécanique de la production de bois chauffés. L'institut technologique allemand IHD de Dresden a développé le label TMT (Thermally Modified Timber), permettant de certifier l'aptitude d'un produit chauffé à être utilisé en intérieur, ou en extérieur. L'association finlandaise Thermowood propose également des avis techniques sur des résineux chauffés à des températures précises. Mais ces approches reposent sur des mesures ponctuelles effectuées sur des lots particuliers, et ne permettent pas d'étendre facilement le label ou l'avis technique à d'autres produits. Les moyens de contrôles développés aujourd'hui en laboratoire observent au plus près les changements chimiques liés au traitement thermique, mais ne sont pas adaptés à un contexte industriel.

Ce travail a donc pour ambition d'étudier les points mis en avant ici : tester la résistance des bois chauffés aux pourritures molles et aux micro-organismes du sol (en classe d'emploi 4), observer l'ensemble des propriétés mécaniques listées par la norme de classement EN 338, et proposer des moyens de contrôle permettant d'estimer à la fois la résistance mécanique et la durabilité des bois chauffés.

2 Campagnes d'expérimentations

2.1 Échantillonnage

Les essais présentés dans cette étude s'articulent autour des objectifs annoncés en 1.9 :

- déterminer la durabilité des produits de Bois Durables de Bourgogne en classe 3 et 4,
- apprécier l'influence du traitement thermique sur l'ensemble de propriétés mécaniques d'un même échantillon,
- et mettre en évidence des indicateurs non destructifs pour estimer la résistance mécanique et la durabilité des bois chauffés.

Le chêne, le frêne, le hêtre, le peuplier et le douglas sont les essences les plus représentatives de la production de Bois Durables de Bourgogne. Elles constituent donc la base des essais réalisés pour le premier point.

Pour une même essence, la température de traitement peut varier d'une commande à l'autre, aussi le choix est fait de traiter chaque essence à une température basse et une température haute pour estimer dans quelle plage de durabilité se situent les échantillons étudiés.

La température de 215 °C correspond, au moment où débutent ces travaux, à la température à laquelle sont traités la plupart des commandes chez Bois Durables de Bourgogne. La température de 190 °C est alors une température basse à laquelle est souvent chauffé le chêne, noté comme étant plus sensible au traitement que les autres essences. La température de 210 °C est choisie arbitrairement comme température haute pour le chêne, en considérant qu'à ce jour Bois Durables de Bourgogne ne le chauffe pas à des températures supérieures.

Pour répondre au deuxième point et observer l'influence du traitement sur les propriétés mécaniques du bois, c'est un échantillon de frêne chauffé à 210 °C qui est étudié. Cet échantillon correspond a un produit qui représente un volume important de la production de Bois Durables de Bourgogne.

Enfin, le troisième point est abordé en deux temps : les petites éprouvettes sans défaut issues de la première campagne permettent, en parallèle des tests de durabilité, de

mettre en évidence la piste de l'analyse vibratoire comme indicateur potentiel de la résistance mécanique des bois chauffés. Cette piste doit ensuite être confirmée sur des éprouvettes de grandes dimensions contenant d'éventuels défauts.

Pour cette dernière campagne sur des planches en dimensions d'emploi, et pour des raisons de temps de manipulation, de logistique et de coûts, toutes les essences ne peuvent pas être testées. Le frêne est choisi car c'est une essence qui se comporte bien en extérieur après la chauffe, et qui représente le plus grand volume de la production de Bois Durables de Bourgogne. Les intensités de traitements sont en revanche plus nombreuses, en vue d'établir des relations entre les indicateurs candidats et les propriétés qui varient avec le traitement. Les températures de 170, 200, 215 et 228 °C sont choisies pour couvrir une plage de températures plus large que celles qui sont pratiquées habituellement par Bois Durables de Bourgogne sur le frêne.

L'ensemble des échantillons utilisés pour les différentes campagnes est synthétisé dans le Tableau 9.

Tableau 9 : Description des échantillons étudiés

Essence	Débit	Température de traitement (°C)
Chêne avec aubier	Petites éprouvettes	190, 210
Chêne sans aubier	Petites éprouvettes	190, 210
Douglas avec aubier	Petites éprouvettes	190, 215
Douglas sans aubier	Petites éprouvettes	190, 215
Frêne	Petites éprouvettes	190, 215
Hêtre	Petites éprouvettes	190, 215
Peuplier	Petites éprouvettes	190, 215
Frêne	Grandes éprouvettes	170, 200, 215, 228

L'influence du traitement thermique est appréciée en comparant les planches chauffées à des planches non traitées : pour chaque demi-planche traitée existe une demi-planche jumelle non traitée. Les débits réalisés sont illustrés sur la Figure 14: les éprouvettes chauffées de petites dimensions sont comparées à leurs homologues non chauffées issues de la même planche dans le même plan tangentiel, tandis que les éprouvettes chauffées de grandes dimensions sont comparées à une éprouvette jumelle issue de la refente d'une planche de plus grande épaisseur. Les petites éprouvettes sont sans défaut, donc la variabilité au sein d'une même planche est supposée limitée. Le choix de la refente dans le cas des grandes éprouvettes est justifié dans l'optique d'avoir sur les deux planches jumelles des nodosités proches.

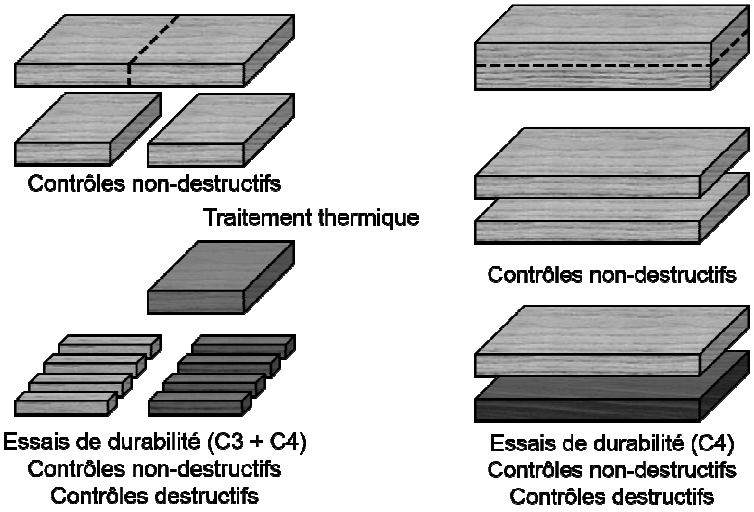


Figure 14 : Protocole utilisé pour comparer des lots de bois traités et non traités ; à gauche : campagnes sur de petites éprouvettes sans défaut ; à droite : campagnes sur des planches de grandes dimensions

Les essais destructifs présentés en 2.4 permettent de mesurer les propriétés réelles du matériau, tant du point de vue mécanique que de la durabilité. Les essais présentés en 2.5 sont les candidats au statut d'indicateur pour estimer la résistance en flexion et la perte de masse.

2.2 Traitements thermiques

Les principales étapes du traitement thermique avec le procédé Thermowood sont décrites au paragraphe 1.8. La Figure 15 présente les fours dans lesquels les cuissons ont été réalisées. Pour piloter et suivre la chauffe, des sondes de température sont placées dans le bois et dans l'atmosphère de la chambre.

Les paramètres permettant de piloter les fours de traitement thermique sont nombreux. En plus des consignes de températures, l'opérateur peut faire varier entre autres la quantité de vapeur injectée dans l'enceinte, la vitesse de ventilation de l'air, ou encore la période entre deux changements de sens des ventilateurs. Les consignes utilisées dans cette étude s'appuient donc sur le savoir-faire de Bois Durables de Bourgogne qui optimise la durée de ses cycles depuis la création du site. Après la montée en température, la durée de maintien de la température de traitement est de deux heures. Pour faire varier l'intensité de traitement, cette étude ne fait varier que la température de traitement.



Figure 15 : Fours de traitement thermique du bois de Bois Durables de Bourgogne : technologie Thermowood commercialisée par la société Finlandaise Jartek

Un cycle type de frêne chauffé à 215 °C est illustré Figure 16.

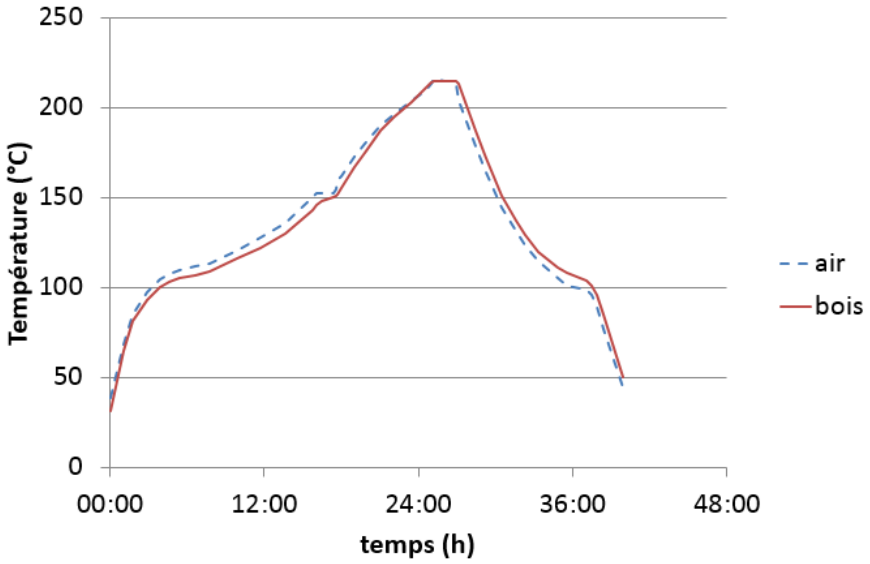


Figure 16 : Évolution de la température dans le bois de frêne au cours d'un cycle de traitement thermique à 215 °C

Pour simplifier l'approche et limiter le nombre de variables, le douglas, le hêtre, le peuplier sont ici traités dans les même conditions que le frêne.

Seul le chêne reçoit un traitement particulier car c'est une essence qui nécessite des précautions au cours de son séchage entre 100 et 140 °C pour éviter la formation de gerces. Le profil de température qui lui est appliqué ressemble à celui du frêne illustré sur la Figure 16, mais la montée en température est davantage étalée dans le temps.

2.3 Homogénéité du traitement

Afin d'apprécier l'homogénéité de l'intensité de traitement à l'intérieur d'un four, des éprouvettes de petites dimensions ont été suspendues aux piles de bois à différents endroits du four. Le Figure 17 illustre la façon dont ces éprouvettes sont attachées.



Figure 17 : Éprouvette permettant de mesurer l'intensité de traitement à un endroit donné du four

Les éprouvettes sont pesées à l'état anhydre avant et après traitement. La perte de masse à l'état anhydre est un indicateur de l'intensité de traitement.

Le four est muni d'un repère orthonormé qui permet d'associer des coordonnées à chaque éprouvette. Ce repère est présenté Figure 18.

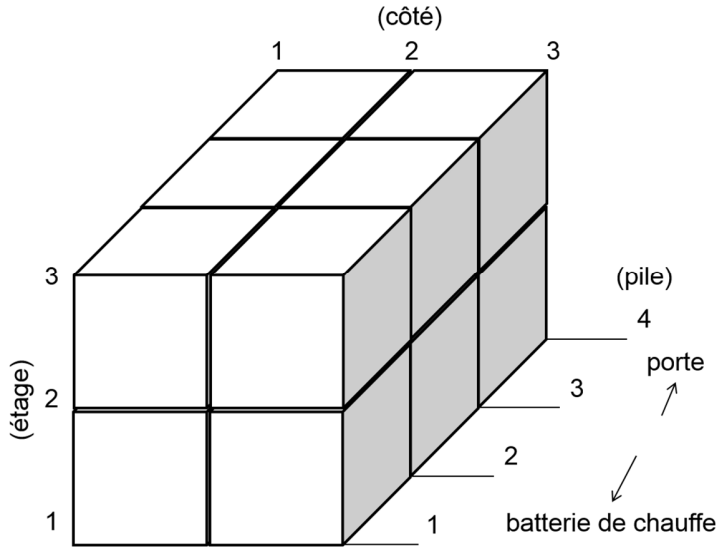


Figure 18 : Repérage du four

2.4 Essais destructifs

2.4.1 Flexion quatre points

Les essais de flexion sont réalisés conformément à la norme EN 408. Cette norme sert de référence pour le classement mécanique des sciages d'après la norme EN 338. Les dimensions des éprouvettes sont de 400*20*20 (L*r*t) mm^3 lorsqu'il s'agit de petites éprouvettes sans défaut, et de 2000*29*100 (L*r*t) mm^3 concernant les planches de grandes dimensions de frêne. Le banc de flexion est schématisé Figure 19. Le dispositif du LaBoMaP est équipé d'un comparateur dont les appuis sont distants de $2d$, et permet de mesurer la flèche f au centre de l'éprouvette. Cette flèche f est illustrée sur la Figure 20.

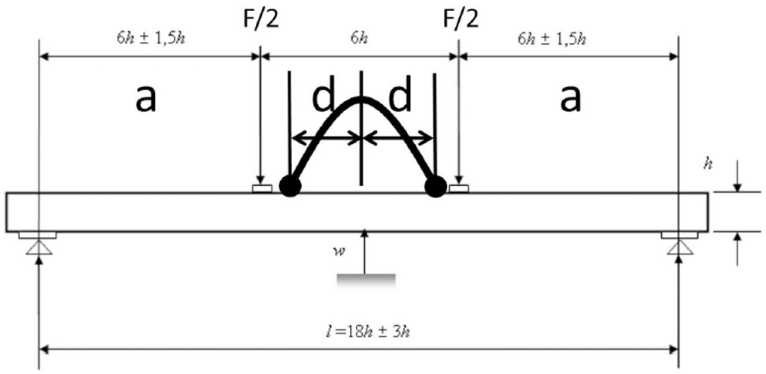


Figure 19 : Schéma du dispositif de banc de flexion selon la norme EN408

La contrainte σ est donnée par :

$$\sigma = \frac{M_f}{I/v} \tag{2.1}$$

Avec $M_f = \frac{F}{2}a$, et $\frac{I}{v} = \frac{bh^2}{6}$, où M_f est le moment des forces appliquées à l'éprouvette calculé en son centre, F est la force totale appliquée en Newton, a est la distance entre un appui extérieur et le point d'application de la force le plus proche, I est le moment d'inertie de l'éprouvette, v est la distance de la fibre neutre à celle la plus chargée, et b et h sont les dimensions de la section de l'éprouvette.

L'équation 2.1 devient :

$$\sigma = \frac{3Fa}{bh^2} \tag{2.2}$$

Le module élastique axial E est donné par :

$$\frac{EI}{R} = M_f \tag{2.3}$$

Où R est le rayon de courbure de l'éprouvette.

D'après la Figure 20 et en considérant que f^2 est très petit devant d^2, alors :

$$R = \frac{d^2}{2f} \tag{2.4}$$

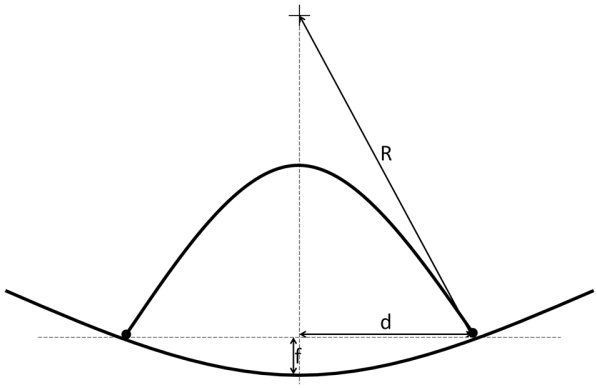


Figure 20 : Rayon de courbure d'une éprouvette au cours d'un essai de flexion

D'où :

$$E = \frac{3d^2Fa}{fbh^3} = \frac{3d^2\Delta Fa}{bh^3\Delta f} \tag{2.5}$$

Le module élastique est calculé en appliquant l'équation 2.5 dans la partie élastique de l'essai. Les différences ΔF et Δf sont donc choisies tels que $\Delta F = F_2 - F_1$ et $\Delta f = f_2 - f_1$, où $F_1 = 0.1F_{max}$ et $F_2 = 0.3F_{max}$.

Au moins trente éprouvettes sont testées pour chaque échantillon constitué de petites éprouvettes. Pour des raisons pratiques, seulement quinze planches de frêne seront traitées et cassées à chaque température de traitement.

La Figure 21 est une photo du banc de flexion durant son utilisation sur une planche de frêne non traitée.

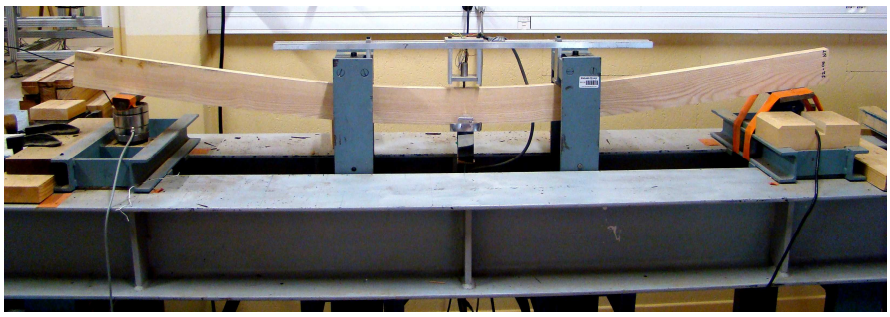


Figure 21 : Planche de frêne non traitée soumise à un essai de flexion sur chant

Les essais qui suivent ont été réalisés seulement sur des échantillons constitués de petites éprouvettes, et à partir à partir d'une population d'au moins trente éprouvettes préalablement conditionnées à température ambiante.

2.4.2 Traction axiale

Les essais de traction axiale sont réalisés d'après la norme NF B51-017.

L'usinage des éprouvettes est effectué grâce à une machine à commande numérique, et consiste à réduire la section de la partie centrale afin de privilégier une rupture due à la résistance du bois, et non aux extrémités à causes de la pression de mors de traction. Les essais qui aboutissent à une rupture de l'éprouvette hors de la partie centrale sont écartés avant l'analyse des résultats. La section centrale S_{TA} est ici de 16*4 mm^3. Ces dimensions sont présentées sur la Figure 22.

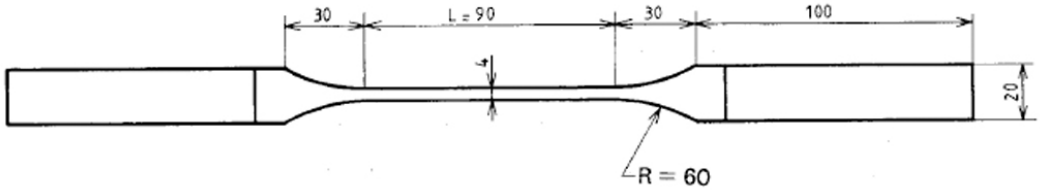


Figure 22 : Éprouvette d'un essai de traction axiale

La contrainte à la rupture en traction axiale σ_{TA} est calculée en divisant la charge maximale F_{max} mesurée en Newton par la section S_{TA} de l'éprouvette telle que :

$$\sigma_{TA} = \frac{F_{max}}{S_{TA}} \tag{2.6}$$

La mesure de la contrainte par cette méthode est supposée être la même que si la norme EN 408 avait été adoptée : celle-ci impose une longueur d'essai d'au moins neuf fois la plus grande longueur de la section pour imposer une rupture au centre de l'éprouvette, mais sur un profil de section entière. La partie centrale des éprouvettes testées ici aurait donc dû mesurer 144 mm, mais leur profil impose plus facilement une rupture au centre de l'éprouvette.

2.4.3 Traction transversale

Les essais de traction transversale sont réalisés d'après la norme NF B51-010.

L'usinage des éprouvettes est effectuée avec une machine à commande numérique. Le modèle et les dimensions d'une éprouvette destinée à cet essai sont rappelées sur le Figure 23.

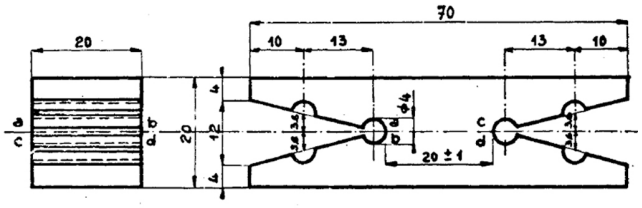


Figure 23 : Éprouvette d'un essai de traction transversale

La contrainte à la rupture en traction transversale σ_{TT} est calculée en divisant la charge maximale F_{max} mesurée en Newton par la section S_{TT} de l'éprouvette telle que :

$$\sigma_{TT} = \frac{F_{max}}{S_{TT}} \tag{2.7}$$

Où S_{TT} est la section la plus réduite de $20 * 20$ mm^2 au centre de l'éprouvette.

Le module transversal est déterminé sur un essai différent : Les éprouvettes ont la forme d'un prisme droit à section rectangulaire de 13*20 (L*t) mm^3. Seule la partie élastique de cet essai est retenue. Cette manipulation est adaptée de la norme EN 408 dans laquelle la section est de 70*45 (L*t) mm^2.

2.4.4 Compression axiale

Les essais de compression axiale sont réalisés d'après la norme NF B51-007.

Les éprouvettes ont la forme d'un prisme droit à section carrée S_{CA} de 20 mm de côté et un longueur parallèle au fil du bois de 60 mm.

La contrainte à la rupture en compression axiale σ_{CA} est calculée en divisant la charge maximale F_{max} mesurée en Newton par la section S_{CA} de l'éprouvette telle que :

$$\sigma_{CA} = \frac{F_{max}}{S_{CA}} \tag{2.8}$$

2.4.5 Compression transversale

Les essais de compression axiale sont réalisés d'après la norme EN 408 sur des éprouvettes de 70*40*90 (L*r*t) mm^3.

La contrainte à la rupture en compression transversale σ_{CT} est calculée en divisant la charge maximale F_{max} mesurée en Newton par la section S_{CT} de l'éprouvette telle que :

$$\sigma_{CT} = \frac{F_{max}}{S_{CT}} \tag{2.9}$$

2.4.6 Cisaillement

Les essais de compression axiale sont réalisés d'après la norme NF B51-012.

La forme et les dimensions des éprouvettes sont présentées sur la Figure 24. La rupture théorique se produit dans l'un des plans $abcd$. Les essais qui aboutissent à une rupture de l'éprouvette hors de ce plan sont écartés avant l'analyse des résultats.

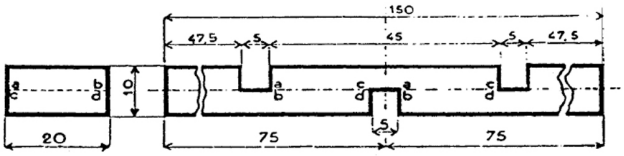


Figure 24 : Éprouvette d'un essai de cisaillement

La contrainte à la rupture en compression transversale σ_{Cis} est calculée en divisant la charge maximale F_{max} mesurée en Newton par la section S_{Cis} de l'éprouvette telle que :

$$\sigma_{Cis} = \frac{F_{max}}{S_{Cis}} \tag{2.10}$$

2.4.7 Résilience

La résilience, ou résistance à la rupture en flexion dynamique, est mesurée d'après la norme NF B51-009. Le calibre des éprouvettes a toutefois été diminué à une section de 17*17 mm² au lieu de 20*20 mm² à cause des limites de l'appareillage disponible au LaBoMaP. Une photo du pendule est présentée sur la Figure 25.



Figure 25 : Pendule de charpy

2.4.8 Valeurs caractéristiques

Les valeurs caractéristiques sont calculées d'après la norme EN 14358. La distribution des valeurs d'essais est préalablement vérifiée comme étant normale (pour les propriétés de rigidité) ou log-normale (pour les propriétés de résistance) d'après la norme X 06-050.

La valeur caractéristique m_k associée à un test de résistance sur n éprouvettes est calculée d'après les termes $\overline{y}$ et s_y comme suit :

$$\overline{y} = \frac{1}{n}\sum_{i=1}^{n} \ln(m_i) \tag{2.11}$$

$$s_y = max \begin{cases} \sqrt{\frac{1}{n-1}\sum_{i=1}^{n}(\ln(m_i) - \overline{y})^2} \\ 0.05 \end{cases} \tag{2.12}$$

$$m_k = \exp(\overline{y} - k_s(n)s_y) \tag{2.13}$$

où k_s est calculé d'après l'équation 2.14.

$$k_s = \frac{6.5n + 6}{3.7n - 3} \tag{2.14}$$

La valeur moyenne d'une propriété de rigidité ou d'une densité associée à n éprouvettes est calculée d'après les termes $\overline{y}$ et s_y comme suit :

$$\overline{y} = \frac{1}{n}\sum_{i=1}^{n}(m_i) \tag{2.15}$$

$$s_y = max \begin{cases} \sqrt{\frac{1}{n-1}\sum_{i=1}^{n}(m_i - \overline{y})^2} \\ 0.05\overline{y} \end{cases} \tag{2.16}$$

$$m_{mean} = \overline{y} - k_s(n)s_y \tag{2.17}$$

où k_s est calculé d'après 2.18.

$$k_s = \frac{0.78}{n^{0.53}} \tag{2.18}$$

2.4.9 Durabilité

Les classes 3 et 4 qui correspondent à des emplois en extérieur sont celles visées par le traitement thermique. Dans les deux cas, le mode opératoire consiste à exposer le bois à des sources fongiques pendant plusieurs semaines, puis à observer sa dégradation par pesées : plus le bois est dégradé, plus il perd du poids.

En l'absence de norme permettant de caractériser les bois traités thermiquement, les normes visant à déterminer la durabilité naturelle du bois sont utilisées dans cette étude. Ces normes correspondent aux standards des bois non traités, et sont celles

reprises dans la littérature et par FCBA[8] pour étudier la durabilité des bois traités thermiquement. Ces standards permettent d'abord une discussion commune, mais sont aussi des tests permettant d'apprécier la durabilité des bois avec des temps d'essais plus courts que s'ils étaient testés dans des conditions d'utilisation réelles. Dans des conditions propices au développement des champignons, les temps d'essais sont ici compris entre douze (classe 3) et trente deux (classe 4) semaines.

La norme XP CEN/TS 15083-1 donne le mode opératoire permettant de tester la résistance du bois naturel en classe d'emploi 3. Des éprouvettes de bois de 20*5*10 (L*r*t) mm^3 sont déposées pendant douze semaines sur des mycéliums préalablement cultivés sur un milieu stérile préparé à base de malt et d'agar. Chaque échantillon est constitué de six éprouvettes réparties sur deux boîtes de trois éprouvettes chacune. Le Figure 26 montre la disposition des éprouvettes par rapport à la souche fongique au centre de la boîte.

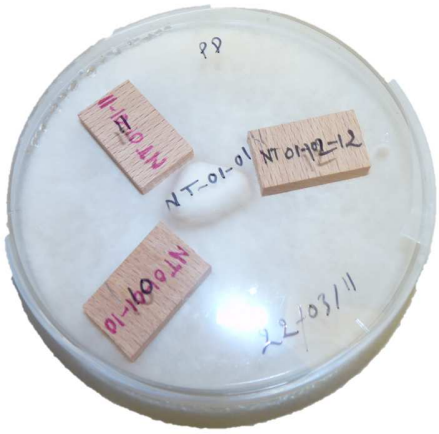


Figure 26 : Éprouvettes de hêtre mises en contact avec une souche de *Poria placenta* pour un essai en classe d'emploi 3 au LERMAB

Toutefois, quelques écarts de manipulations avec les exigences de la norme ou les pratiques préconisées par Van Acker [Van Acker et~al., 2003] sont à noter avec le protocole suivi ici :

- Chaque boîte ne contient qu'un échantillon, et les expositions des éprouvettes témoins et des échantillons ne sont donc pas exactement

[8] Forêt, Cellulose, Bois-Construction, Ameublement. FCBA est un institut technologique dont l'une des missions est de participer à la rédaction des normes européennes qui visent ces secteurs.

identiques. Les manipulations ont cependant été réalisées dans les mêmes conditions au même moment. Les résultats sont donc jugés comparables.

- Avant leur exposition, les éprouvettes sont séchées dans une étuve à103 °C, et non pas à 60 °C. La température de 103 °C peut avoir pour conséquence de modifier ou de volatiliser partiellement certains extractibles responsables par la suite de la résistance des bois face aux attaques fongiques.

Pour les exigences de la classe d'emploi 4, la norme XP CEN/TS 15083-2 est adoptée. Des éprouvettes de bois de 100*5*10 (L*r*t) mm^3 sont plantées pendant trente deux semaines dans un sol régulièrement humidifié. Ce sol est composé de 80% de terreau commercial et de 20% de terre. La Figure 27 est une photographie des éprouvettes plantées dans ce sol au cours de l'essai. Chaque prélèvement (à huit, seize, vingt-quatre et trente-deux semaines) est effectué sur un ensemble de six éprouvettes.



Figure 27 : Éprouvettes de hêtre mises en contact avec un sol préparé pour un essai en classe d'emploi 4 au LaBoMaP

Van Acker met en avant le fait que la virulence des sols est variable et que les conditions de manipulations ne sont pas toujours aussi sévères que celles auxquelles peuvent être exposés les bois pendant leur durée de service [Van Acker et~al., 2003]. Ici la virulence est confirmée par les dégradations des échantillons non traités, en particulier par celles du hêtre et du peuplier qui atteignent plus de 40% après trente deux semaines d'exposition. Cette dégradation supérieure à 30% permet de valider cet essai.

Comme rappelé au paragraphe 1.4.2, la classe de durabilité pour les essais en classe d'emploi 3 est obtenue directement d'après la perte de masse.

Les échantillons choisis comme témoins, sont le hêtre pour les essences feuillues, et l'aubier de pin sylvestre pour les résineux. Ces témoins sont considérés comme non durable, donc plus le rapport x est grand, moins l'échantillon testé est durable.

Le Tableau 10 donne les classes de durabilité en fonction de x lorsque celui-ci est donné directement par la perte de masse WL.

Les valeurs de x présentées dans ce tableau diffèrent sensiblement de celles présentées dans le Tableau 7 du paragraphe 1.4.2. En effet, le Tableau 10 est conforme à la norme XP CEN/TS 15083-2 pour les essais en classe d'emploi 4, alors que le Tableau 7 est conforme à la norme EN 350 pour les essais en classe d'emploi 3.

Tableau 10 : Classes de durabilité en fonction des valeurs du rapport de durabilité

Valeur de x	Classe de durabilité	Description
$x < 0.1$	1	Très durable
$0.1 < x < 0.2$	2	Durable
$0.2 < x < 0.45$	3	Moyennement durable
$0.45 < x < 0.8$	4	Peu durable
$0.8 < x$	5	Non durable

2.4.10 Perte de masse

La perte de masse anhydre est mesurée sur les planches de grandes dimensions dans lesquelles les petites éprouvettes des différents essais ont été produites. Ces planches de grandes dimensions ne peuvent être totalement séchées dans les étuves disponibles en laboratoire. Les planches sont donc pesées humides avant et après traitement, et l'humidité est déterminée par la pesée d'éprouvettes prélevées en bout de planche. La Figure 28 illustre le protocole suivi. L'humidité mesurée par double pesée sur les petites éprouvettes est supposée être représentative de la planche stabilisée.

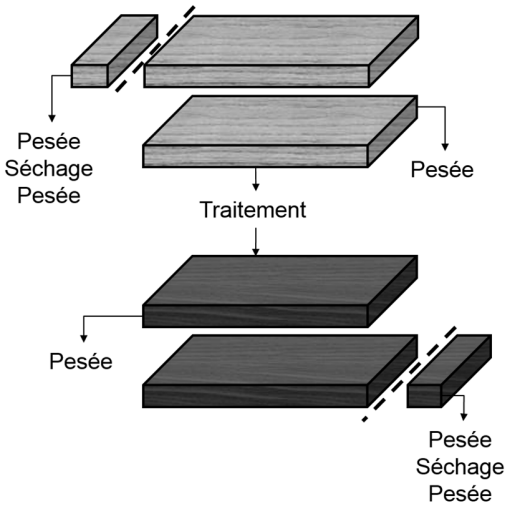


Figure 28 : Protocole pour la mesure de la perte de masse due au traitement thermique de planches de grandes dimensions

$$ML = 100 * \frac{\frac{m_{h_1}}{1+H_1} - \frac{m_{h_2}}{1+H_2}}{\frac{m_{h_1}}{1+H_1}} \tag{2.19}$$

Où m_h est la masse humide de la planche, H est l'humidité, et les indices 1 et 2 sont correspondent respectivement au bois avant et après traitement.

La perte de masse ainsi mesurée par pesées sur l'ensemble d'une planche est supposée être homogène, et les éprouvettes de petites dimensions ont alors la même perte de masse associée à la planche dans laquelle elles sont débitées.

Cette hypothèse optimiste d'une planche homogène en humidité doit être nuancée par les résultats d'un test de mesure de l'humidité sur la longueur de trois planches de frêne traités à trois températures différentes. Ces mesures sont présentées sur la Figure 29.

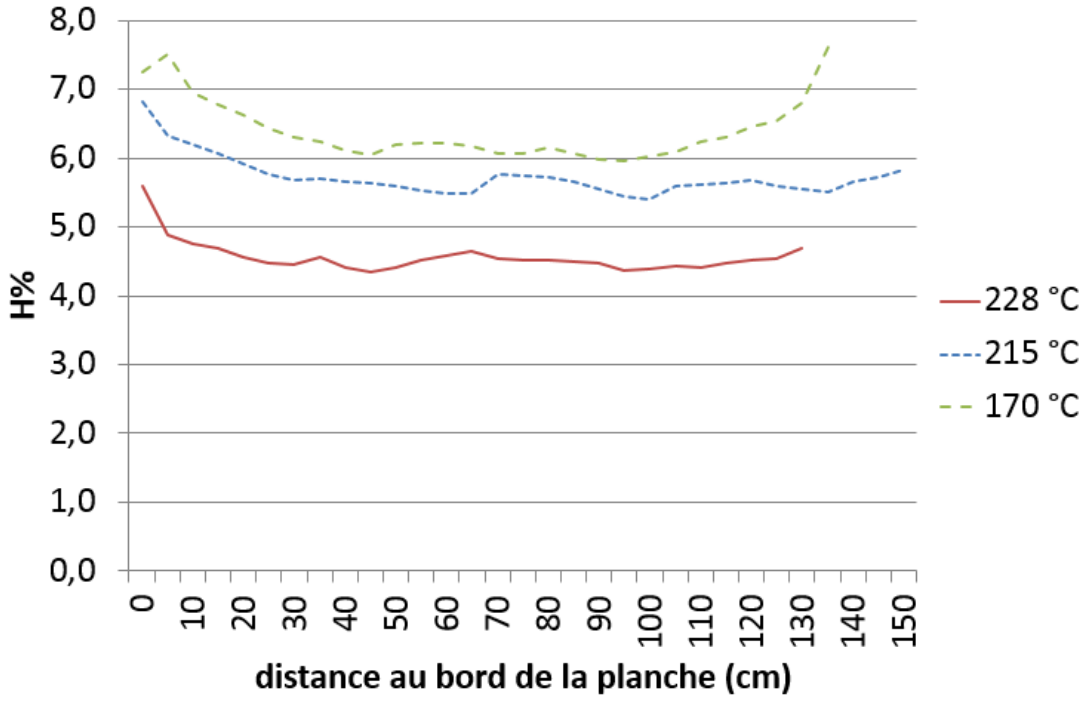


Figure 29 : Profil d'humidité en fonction de la position dans de mesure sur des planches de frêne chauffées à 170, 215 et 228 °C (mesures sur une seule planche par température)

Cette figure illustre le fait que les extrémités d'une planche sont plus sensibles aux variations climatiques. Cette sensibilité semble diminuer avec l'intensité de traitement. Sur ces mesures, il subsiste toutefois un écart de un à deux pour-cent d'humidité entre le centre la planche et les extrémités.

Pour estimer l'incidence de l'erreur de mesure d'humidité sur la perte de masse, l'équation 2.20 est reprise avec les valeurs $m_{h_1} = 2500\ g$, $m_{h_2} = 2125\ g$, $H_{1_0} = 10\%$ et $H_{2_0} = 5\%$. Ces valeurs correspondent aux ordres de grandeurs des mesures effectuées sur les planches de frêne : Leurs humidités sont généralement stabilisées aux alentours de 8 à 10% avant le traitement, pour ressortir avec une humidité de 5% à 7%. Des écarts sont ensuite introduits dans les valeurs de H_1 et H_2 tels que $H_1 = H_{1_0} + \Delta H_1$ et $H_2 = H_{2_0} + \Delta H_2$. Ces écarts sont ceux que l'on peut constater sur la Figure 29. La différence d'humidité entre le bord et le centre de la planche n'excède pas 2%. Les résultats du Tableau 11 présentent les pertes de masse minimales et maximales pouvant alors être calculées suite à cette variation d'humidité.

Tableau 11 : Erreurs commises sur le calcul de la perte de masse en fonction des erreurs commises sur la mesure d'humidité

	$\Delta H_1 = 0$ $\Delta H_2 = 1$	$\Delta H_1 = 1$ $\Delta H_2 = 1$	$\Delta H_1 = 1$ $\Delta H_2 = 2$
ML_{min}	10.10	12.59	13.41
ML_{max}	11.79	9.28	8.40

Dans les cas extrêmes, l'erreur commise pour estimer la perte de masse de manière absolue est importante, et montre qu'il est nécessaire de stabiliser l'hygroscopie des planches, traitées ou non, avant d'effectuer ce type de mesure.

2.5 Essais non destructifs

2.5.1 Analyse vibratoire

Les techniques d'analyse vibratoire sont déjà utilisées en industrie pour le classement mécanique du bois, et permettent des mesures non destructives à la fois relativement simples à mettre en œuvre, rapides, et généralement bien corrélées avec le module élastique [Brancheriau and Bailleres, 2002, Hasnikova and Kuklik, 2013, Jehl, 2012]. Des techniques ultrasonores sont également utilisées [Sandoz, 1999].

Le dispositif utilisé pour cette étude permet de déterminer les modules élastique et de cisaillement d'après les modèles de Bernouilli et de Timoshenko [Brancheriau, 2002]. Cette analyse fait suite à l'acquisition des fréquences de vibration libres d'une éprouvette soumise à une percussion.

Le module élastique de Bernouilli (E_x) associé à la fréquence de rang n (f_n)est donné par :

$$E_X = 4\pi^2 \frac{\rho s L^4}{I_{GZ}} \frac{f_n^2}{X_n} \tag{2.21}$$

Où ρ est la masse volumique, S la section, L la longueur et I_{GZ} le moment d'inertie de l'éprouvette. X_n vérifie $\sqrt[4]{X_n} = (2n+1)\frac{\pi}{2}$.

L'appareillage employé est celui développé par le CIRAD[9] : le BING[10]. Le principe est illustré sur la Figure 30.

[9] Centre de coopération Internationale en Recherche Agronomique pour le Développement

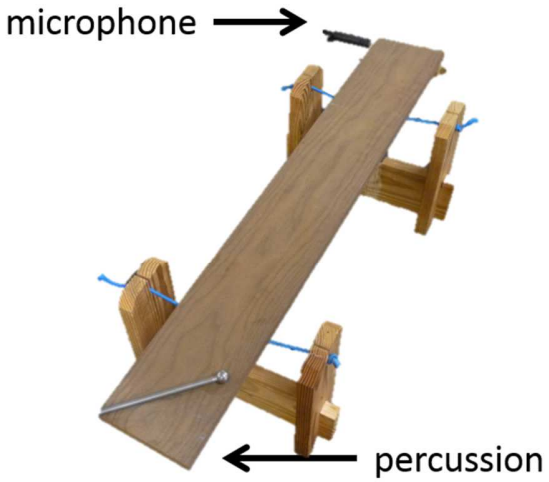


Figure 30 : Principe du dispositif BING : enregistrement des vibrations de l'éprouvette suite à une percussion. Le signal est capté par une carte d'acquisition, filtré et numérisé, puis traité par un ordinateur

Les dimensions des éprouvettes choisies permettent par ailleurs de minimiser les erreurs de mesure commises. Que ce soit pour les petites ou les grandes éprouvettes, les élancements[11] L/h sont de l'ordre de 20. Ce rapport appartient à un intervalle de valeurs dans lequel les écarts relatifs sur les mesures des modules élastiques et modules de cisaillement sont respectivement inférieur à 5% et égal à 8% [Brancheriau, 2002].

Le signal temporelle S est une sinusoïde d'amplitude K dont l'enveloppe est sous forme exponentielle avec un amortissement a tel que le décrit l'équation 2.22. La Figure 31 illustre un signal obtenu sur une planche de frêne non traitée.

$$S = K * sin(t) * e^{a*t} \tag{2.22}$$

[10] Beam Identification by Non destructive Grading

[11] L'élancement est le rapport de la longueur par la hauteur

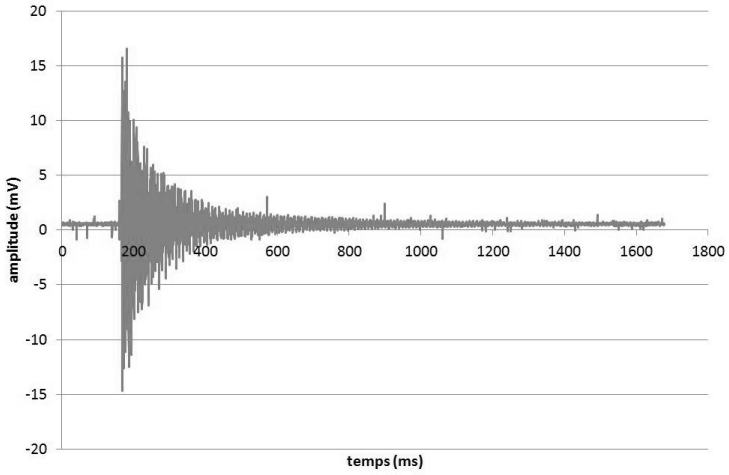


Figure 31 : Signal temporel obtenu avec le dispositif BING sur une planche de frêne non traitée

Dans cette étude, l'amortissement a fait partie des indicateurs pris en compte avec l'analyse vibratoire.

2.5.2 Analyse élémentaire

L'analyse élémentaire est mise en évidence par le LERMAB comme un bon indicateur de l'intensité de traitement. Cette piste est étudiée sur le frêne parallèlement à l'analyse vibratoire, et consiste à calculer le rapport des quantités atomiques d'oxygène et de carbone présentes dans le bois.

Le rapport atomique O/C est obtenu d'abord en mesurant les pourcentages massiques de carbone, d'hydrogène, et d'azote. La quantité d'oxygène est déduite par soustraction, en faisant l'hypothèse que 100 % de la masse du bois est constituée des atomes C, H, N et O. Ces pourcentages massiques sont divisés par les masses atomiques pour obtenir les pourcentages atomiques. La masse atomique du carbone est de 12.0107 g/mol, et celle de l'oxygène est de 15.9994 g/mol.

Ces mesures sont effectuées au LERMAB. Le bois est d'abord broyé, séché pendant 24 heures dans une étuve à 103 °C, puis analysé avec un appareil Thermofinningam Flash EA 1112 équipé d'une colonne chromatographique Porapak de type Q. Les éléments analysés sont le carbone C, l'hydrogène H, et l'azote N.

2.6 Conclusions

Pour caractériser les nouvelles propriétés des bois chauffés en l'absence de norme, celles permettant de caractériser le bois massif non traité sont adoptés.

Les durabilités pour des usages en extérieur correspondant aux classes d'emploi 3 et 4 sont appréciées d'après les normes XP CEN/TS 15083-1 et XP CEN/TS 15083-2 pour lesquelles les échantillons sont exposés dans un environnement contrôlé à différentes sources de champignons.

L'influence du traitement thermique sur l'ensemble des propriétés mécaniques listées par la norme de classement EN 338 est étudiée sur un échantillon de frêne chauffé à 210 °C avec de petites éprouvettes sans défaut.

Les indicateurs recherchés sont des mesures non destructives permettant d'estimer les valeurs réelles de durabilité et de résistance en flexion obtenues avec les mesures destructives. La première piste étudiée est celle de l'analyse vibratoire, et consiste à percuter les éprouvettes et enregistrer leurs vibrations. Le deuxième indicateur étudié est celui de la composition chimique élémentaire, déjà mis en évidence par le LERMAB comme un moyen de prédire la durabilité des bois chauffés. Cette piste reste à confirmer sur des bois traités dans un contexte industriel, et les essais mécaniques de cette étude vérifient si ce même indicateur O/C peut également estimer la résistance mécanique. Enfin, l'analyse densitométrique, si elle est utilisée par certains industriels pour le classement mécanique des sciages, elle joue ici davantage un rôle de caractérisation des avivés avant le traitement pour comparer les couples de planches traitées et non traitées.

La Figure 32 résume les campagnes réalisées d'abord sur des petites éprouvettes de bois sain, puis sur des grandes éprouvettes de frêne.

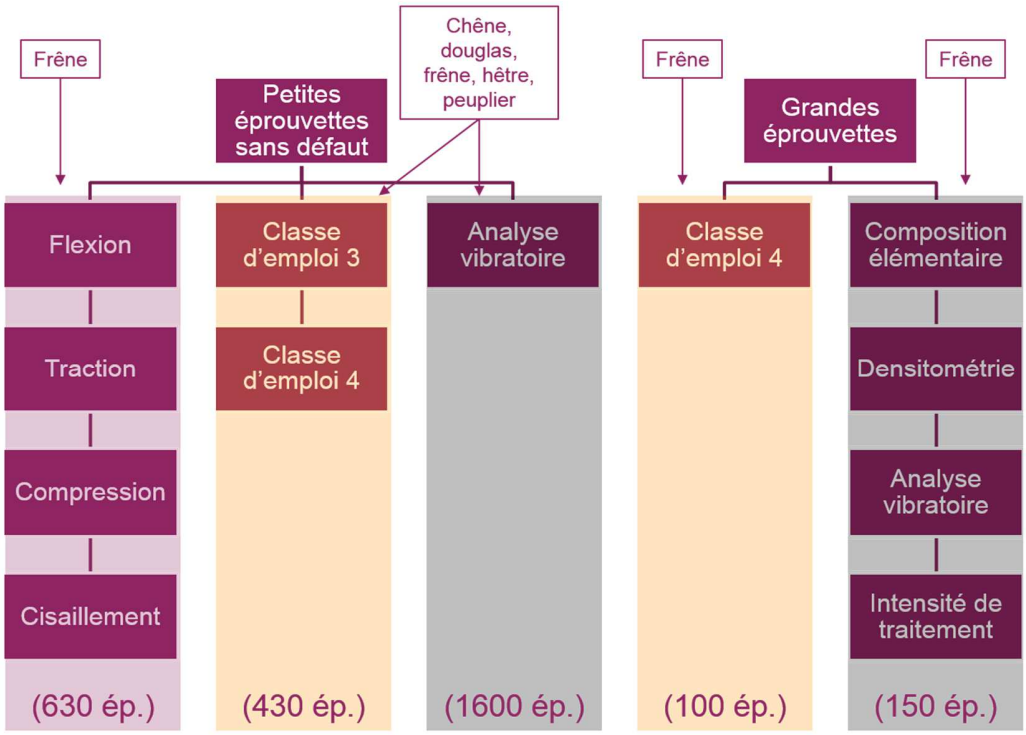


Figure 32 : Schéma récapitulatif des essais réalisés

3 Résultats et discussions

3.1 Performances mécaniques

3.1.1 Influence du traitement : éprouvettes sans défaut

L'ensemble des propriétés de la norme EN 338 est mesuré sur un échantillon de frêne chauffé à 210 °C. Les valeurs caractéristiques de ces essais portant pour chaque propriété au minimum sur trente éprouvettes sont données dans le Tableau 12.

Tableau 12 : Valeurs caractéristiques des essais mécaniques sur un lot de frêne non traité et un lot de frêne chauffé à 210 °C

		Non traité	Chauffé
Propriétés de résistance (N/mm²)			
Flexion	$f_{m,k}$	71.2	35.6
Traction axiale	$f_{t,0,k}$	56.9	36.0
Traction transversale	$f_{t,90,k}$	2.4	1.3
Compression axiale	$f_{c,0,k}$	44.6	49.5
Compression transversale	$f_{c,90,k}$	9.3	6.7
Cisaillement	$f_{v,k}$	4.8	1.2
Propriétés de rigidité (kN/mm²)			
Module moyen d'élasticité axiale	$E_{0,mean}$	11.3	10.9
Module d'élasticité axiale (au 5^{e} percentile)	$E_{0,05}$	8.6	8.4
Module moyen d'élasticité transversale	$E_{90,mean}$	1.1	1.9
Module moyen de cisaillement	G_{mean}	-	-
Masse volumique (kg/m³)			
Masse volumique	ϱ_k	621	515
Masse volumique moyenne	ϱ_{mean}	708	609

Les différences entre avant et après le traitement sont illutrées Figure 33 où $f_{m,k}$, $f_{t,0,k}$, $f_{t,90,k}$, $f_{c,0,k}$, $f_{c,90,k}$, $f_{v,k}$, sont respectivement les résistances à la flexion, à la traction axiale, à la traction transversale, à la compression axiale, à la compression

transversale, et au cisaillement ; $E_{0,mean}$, $E_{0,05}$ et $E_{90,mean}$ sont les modules élastiques axial moyen, axial calculé à 5% d'exclusion, et perpendiculaire moyen ; ρ_k et ρ_{mean} sont les valeurs des masses volumiques caractéristique et moyenne.

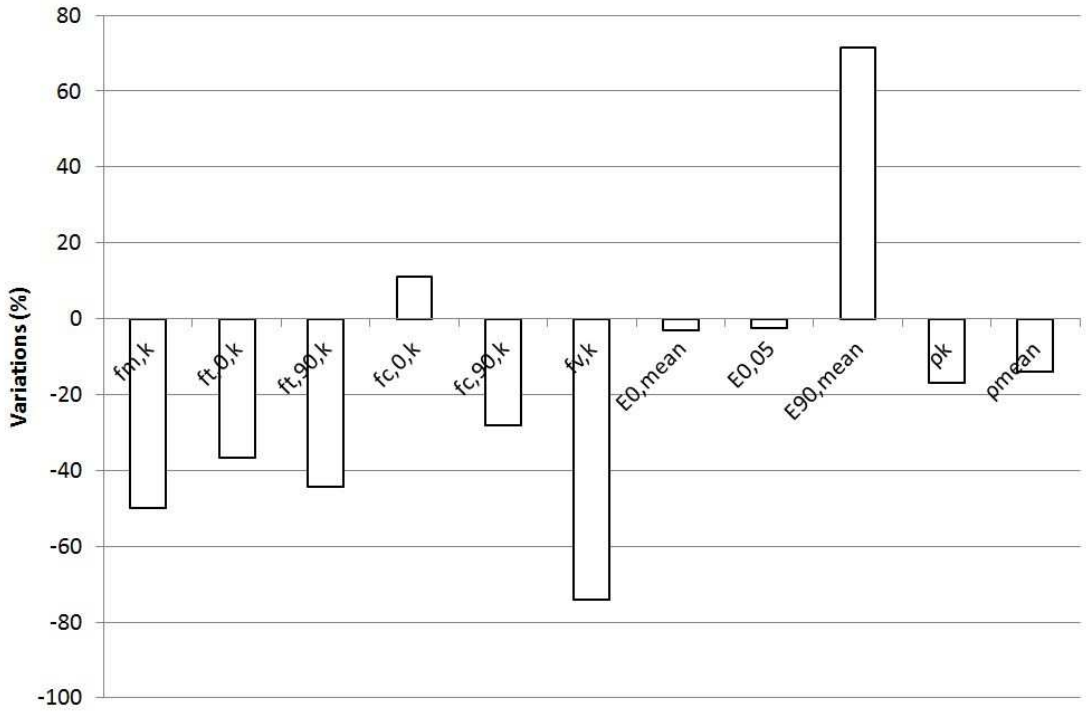


Figure 33 : Variations des propriétés mécaniques d'un lot de bois de frêne dues au traitement thermique au traitement thermique à 210 °C

Les propriétés de résistance subissent toutes une dégradation comprise entre 30% et 80%, à l'exception de la compression axiale $f_{c,0,k}$ qui augmente de 11%. Ces évolutions sont en accord avec celles trouvées par Boonstra [Boonstra et~al., 2007] sur des résineux chauffés à moins de 200 °C. Avec une diminution de 74%, le cisaillement $f_{v,k}$ est la propriété qui est la plus affectée par le traitement thermique. Compte tenu de l'incertitude de mesure et de la faible variation du module élastique axial $E_{0,mean}$, celui-ci reste inchangé alors que le module élastique transverse $E_{90,mean}$ connait une augmentation de 72% avec la chauffe. Pendant le traitement, une partie des produits de dégradation est volatilisée, et l'humidité est plus faible après le traitement thermique ; la masse volumique ρ_k est donc diminuée.

Boonstra justifie la perte des propriétés de résistances par la dégradation de la matrice d'hémicelluloses [Boonstra et~al., 2007] : après le traitement, les charges mécaniques sont réparties sur moins d'éléments, et les liaisons entre les biopolymères sont moins nombreuses, ce qui fragilise globalement les parois cellulaires. Ces

changements ayant lieu au sein de la paroi apparaissent à l'observation au microscope sur la Figure 34 : la rupture en cisaillement s'effectue entre les cellules avant le traitement, et selon un plan plus net après le traitement, atteignant même l'intégrité des cellules qui constituent les rayons ligneux.

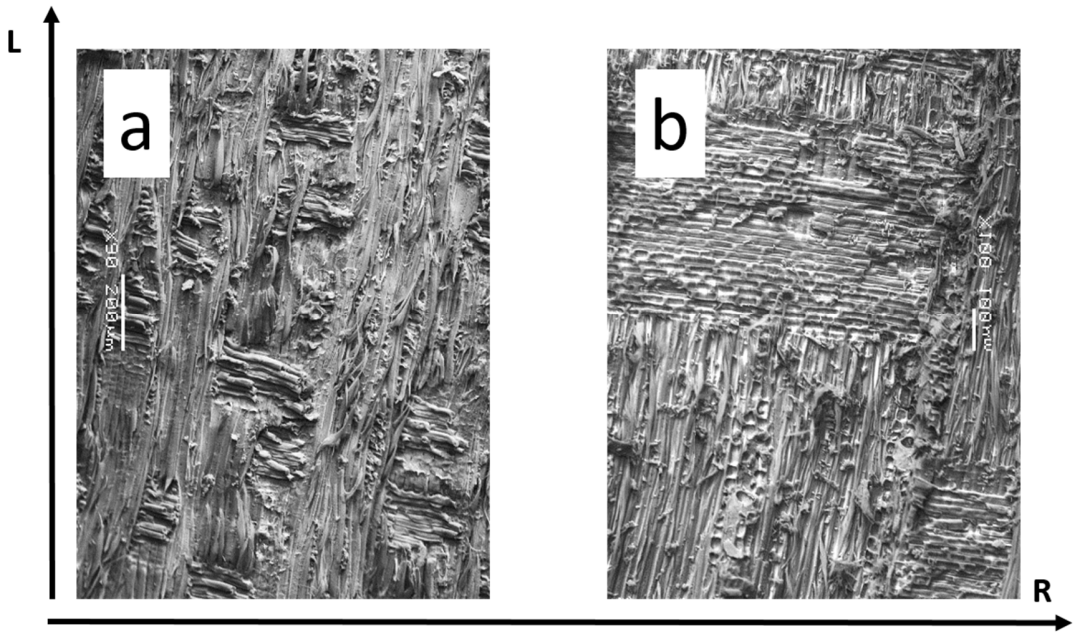


Figure 34 : Grossissement d'un plan de cisaillement au microscope électronique à balayage avec du frêne non traité (a) et du frêne chauffé à 215 °C

Cette dégradation privilégiée des rayons ligneux explique peut-être en partie la sensibilité accrue du chêne vis-à-vis du traitement thermique, et sa tendance à former des gerces après le traitement. Parmi les différentes planches de chêne utilisées dans ce travail, des gerces sont effectivement observées suivant les rayons ligneux, mais également suivant les cernes annuels, comme le montre la Figure 35.

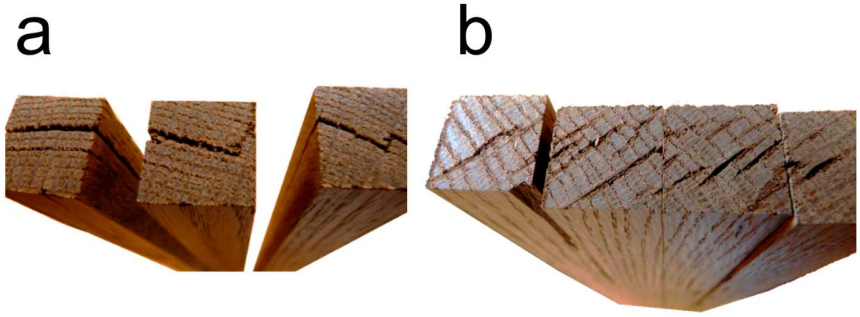


Figure 35 : Observation de gerces sur du chêne traité thermiquement, suivant les cernes annuels (a) et les rayons ligneux (b)

A ce phénomène de dégradation des parois cellulaires s'ajoute un phénomène de retrait des fibres dû à la diminution de l'humidité. Au cours du traitement thermique, il est possible que les couches périphériques du bois sèchent plus rapidement que le cœur, entrainant ainsi des différences de retraits dans l'épaisseur des avivés. De tels gradients peuvent être à l'origine de contraintes de traction et amorcer des micro-fissures entre les fibres, ce qui fragiliserait davantage l'édifice des cellules. Pour estimer les contraintes mises en jeu, une approche simplifiée consisterait à multiplier les retraits par l'élasticité du matériau : les valeurs des essais conduits ici montrent un retrait maximal de 10% dans la direction radiale ; avec un module élastique transverse de 2 kN/mm², la contrainte maximale estimée ici est de 20 N/mm², et pourrait justifier l'apparition de gerces avec le séchage.

L'augmentation de la résistance à la compression axiale montre que cette propriété fait moins intervenir les liaisons chimiques entre les biopolymères que les autres propriétés de résistances. Deux phénomènes peuvent expliquer cette évolution : l'augmentation de la cristallinité et la modification du réseau de lignine.

L'augmentation de la cristallinité est par ailleurs responsable d'une diminution de l'anisotropie élastique du matériau comme en témoigne l'augmentation du module élastique transverse tandis que le module élastique axial ne varie pas. D'après Kollman, le rapport entre ces deux modules est un indicateur de l'anisotropie du matériau [Kollmann and Côté, 1968]. Pour un cristal minéral le rapport $\frac{(\frac{E_{0,mean}}{E_{90,mean}})_{max}}{(\frac{E_{0,mean}}{E_{90,mean}})_{min}}$ est inférieur à 2, tandis qu'il est compris entre 12 et 62 pour les bois feuillus. Plus ce rapport est grand, plus l'anisotropie est élevée. Les essais donnent ici une valeur de 20 pour le frêne non traité contre une valeur de 8 pour le frêne chauffé à 210 °C. Malgré cette apparente évolution, la frêne chauffé demeure très anisotrope avec un module élastique axial moyen $E_{0,mean}$ de 11 kN/mm² et un module élastique transverse moyen $E_{90,mean}$ de 2 kN/mm².

Cette étude permet dans un deuxième temps de vérifier si les relations sécuritaires que fournit la norme EN 338 restent valables et sécuritaires pour les bois chauffés. Pour rappel, cette norme propose des jeux de valeurs de résistances, d'élasticités et de densités du matériau bois en fonction de sa classe mécanique. Ces valeurs sont élaborées à la fois pour les bois résineux et feuillus, mais les relations données pour les feuillus demeurent moins certaines pour cette famille que pour les résineux qui ont été plus largement étudiés.

En se basant sur ces relations, la résistance en flexion est la propriété limitante pour le classement mécanique du frêne chauffé. Widmann montre dans un travail similaire à celui-ci que la propriété la plus basse dans le classement du hêtre chauffé est la traction axiale [Widmann et~al., 2012]. Cependant la propriété la plus affaiblie par le traitement thermique, et qui n'est pas mesurée par Widmann est ici la résistance au cisaillement du frêne chauffé. Les écarts entre les valeurs d'essais et les valeurs sécuritaires sont présentés sur la Figure 36.

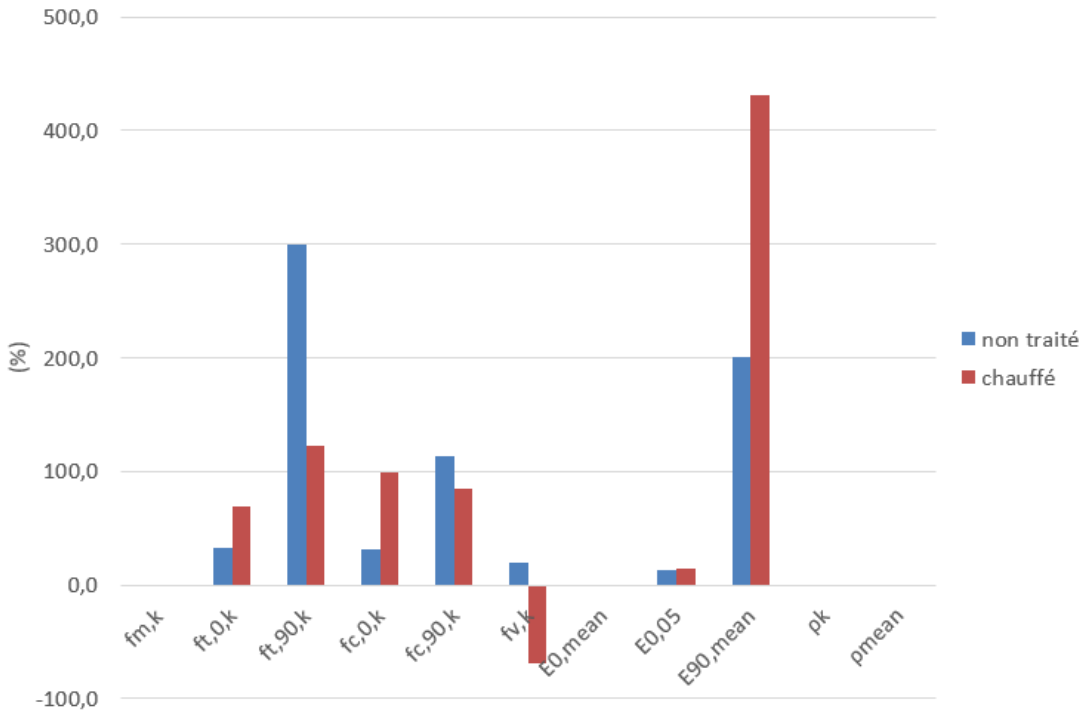


Figure 36 : Écarts entre les valeurs d'essais et les valeurs sécuritaires calculées par les relations données par la norme EN 338

Pour le frêne non traité aussi bien que pour le frêne traité thermiquement, les relations de la norme EN 338 sont sécuritaires, à l'exception du cisaillement du frêne chauffé. L'influence du traitement sur cette propriété doit être davantage étudiée dans l'optique d'utiliser les normes existantes pour le classement mécanique des bois chauffés, ou d'y intégrer un classement qui leur soit propre.

La valeur proposée par la norme EN 338 pour la résistance au cisaillement est une valeur qui ne dépend que de la classe mécanique considérée. Cette valeur est comprise entre 3 et 5 N/mm² sur l'ensemble des classes mécaniques. En considérant la valeur caractéristique de 1.2 N/mm², une valeur de classement de 1 N/mm² est sécuritaire

pour le frêne chauffé. Des essais ultérieurs montrent qu'elle le reste pour des lots différents[12].

3.1.2 Influence du traitement sur la résilience

La résilience, ou résistance en flexion dynamique est une propriété qui n'entre pas en compte dans le classement mécanique de la norme EN 338. Cependant c'est la propriété qui rend le mieux compte du caractère fragile du bois lorsqu'il est soumis à un choc mécanique. L'expérience montre que cette sollicitation peut apparaître lors de la manutention ou de l'usinage du bois, et que dans le cas d'un bois chauffé à trop haute température, elle conduit à la rupture du matériau avant son utilisation.

La Figure 37 montre une décroissance linéaire de l'énergie absorbée lors des tests de résilience en fonction de la température du traitement thermique, jusqu'à atteindre une perte de résistance de l'ordre de 50% avec les températures de traitement usuelles (entre 200 et 220 °C).

Le bois non traité est considéré comme chauffé à 60 °C qui est la température à laquelle il a été séché.

[12] Des lots de frêne chauffés entre 170 et 228 °C présentent des valeurs caractéristiques supérieures à 2.5 N/mm²

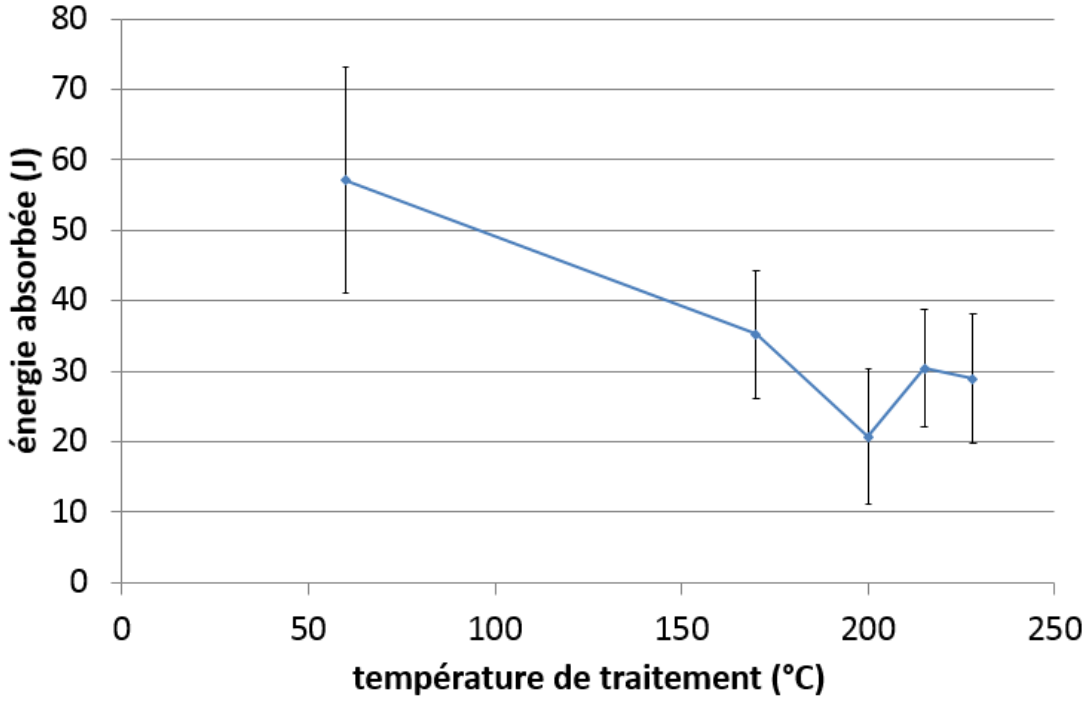


Figure 37 : Évolution de l'énergie absorbée en flexion dynamique en fonction de la température de traitement

Ici, la résilience évolue avec le traitement thermique de la même façon que les autres propriétés de résistance étudiées au paragraphe 3.1.1.

L'échantillon chauffé à 200 °C est singulier vis-à-vis des échantillons chauffés à 215 et 228 °C. Pour des températures supérieures à 200 °C, les biopolymères du bois sont dégradés sans que d'autres phénomènes permettent d'expliquer une augmentation de la résistance. La singularité de l'échantillon chauffé à 200 °C ne peut donc être due qu'à des éprouvettes prélevées dans des planches initialement moins résistantes que celles utilisées pour les autres températures.

3.1.3 Influence du traitement : planches de grandes dimensions

Les essais de flexion quatre points sur des grandes planches de frêne permettent de déterminer les évolutions du module élastique et de la contrainte à la rupture en fonction de la température de traitement. Les modules élastiques et contraintes à la rupture en flexion sont illustrés Figure 38 et Figure 39.

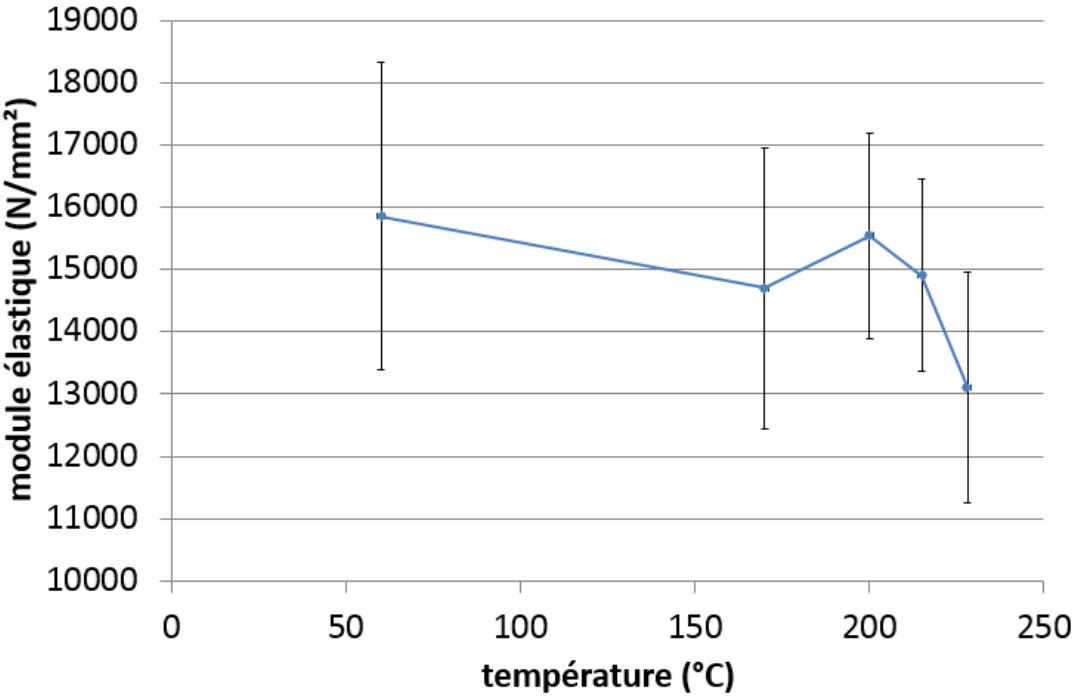


Figure 38 : Évolution du module élastique axial en fonction de la température de traitement sur des éprouvettes de frêne de grandes dimensions

Malgré une dispersion des résultats importante, le module d'élasticité diminue entre 200 et 228 °C. Une analyse de la variance confirme que la température a une influence significative sur le module élastique : le rapport de Fischer expérimental est de 7.47 contre un rapport théorique de 2.46. Si cette diminution est considérée comme linéaire, le module élastique du frêne chauffé décroit de près de 0.9 kN/mm² tous les dix degrés, ce qui fait approximativement perdre au frêne chauffé une classe mécanique de la norme EN 338 tous les dix degrés. Cette conclusion ne s'étend pas à l'ensemble des bois chauffés : Kocaefe note une légère augmentation du module élastique avec l'augmentation de la température sur du tremble entre 100 et 230 °C [Kocaefe et~al., 2007]. Garcia lui, n'observe une baisse significative que sur des traitements très sévères de l'eucalyptus (à 230 °C pendant quatre heures) [Garcia et~al., 2012].

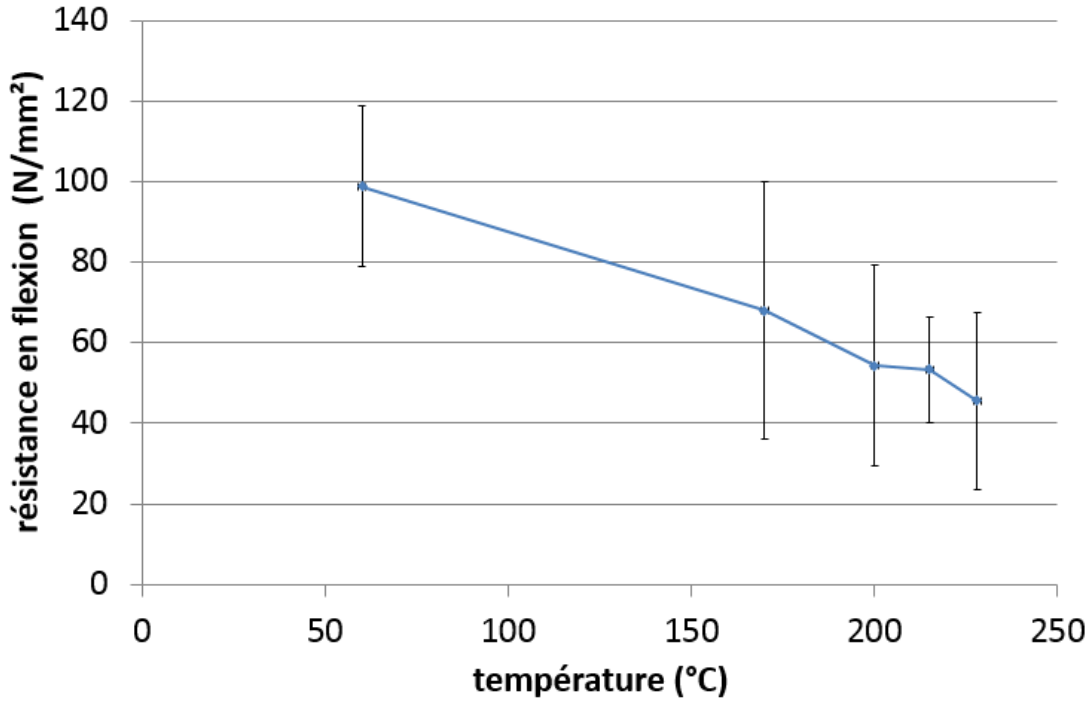


Figure 39 : Évolution de la résistance à la flexion en fonction de la température de traitement sur des éprouvettes de frêne de grandes dimensions

Les études déjà réalisées sur la résistance mécanique des bois chauffés confirment que la résistance en flexion diminue quand la température de traitement augmente. L'analyse de la variance est encore plus probante dans le cas présent et conduit à un rapport de Fischer expérimental de 40.69 contre un rapport théorique de 2.46, ce qui confirme l'influence importante de la température sur la résistance en flexion. Les essais effectués ici mettent en évidence une relation affine entre la contrainte à la rupture et la température de traitement entre 60 et 228 °C avec une diminution de 0.3 N/mm²/°C. Ce rapport de proportionnalité varie selon les essences et les procédés : Kocaefe trouve une diminution de 0.23 N/mm²/°C avec l'essence de tremble [Kocaefe et~al., 2007], Kol observe une diminution de 76 à 31 N/mm² entre du pin séché à 70 °C et traité à 212 °C, ce qui traduit une diminution de 0.31 N/mm²/°C du pin, alors que le sapin chauffé à 190 °C a une résistance qui diminue de 0.06 N/mm²/°C [Kol, 2010]. En restant à des températures inférieures à 200 °C, Frühwald note une diminution de la résistance en flexion de l'ordre de 0.1 N/mm²/°C pour l'épicéa [Früwald, 2007].

La dégradation des propriétés mécaniques est moins marquée avant 200 °C car avec la dégradation modérée des composants de la paroi cellulaire les propriétés mécaniques spécifiques[13] restent alors relativement constantes, comme le montre

[13] Le terme "spécifique" indique que la propriété observée est mise en rapport avec la masse volumique du matériau.

Borrega avec de l'épicéa chauffé à 125 °C [Borrega and Kärenlampi, 2010]. La perte de masse et la création de liaisons hydrogènes ne sont pas les seules réactions qui ont lieu pendant le traitement thermique du bois, mais le module élastique du frêne chauffé est lié à sa masse volumique car la Figure 40 montre un module élastique spécifique qui reste relativement constant quand l'intensité de traitement augmente. Cette constance relative pourrait également s'expliquer par le fait que le taux de lignine reste constant après le traitement thermique [Candelier et~al., 2013a] ; en ce sens, Bjurhager montre en effectuant des modifications génétiques sur le tremble que les taux de lignines modifient sa rigidité, mais pas sa résistance [Bjurhager, 2011].

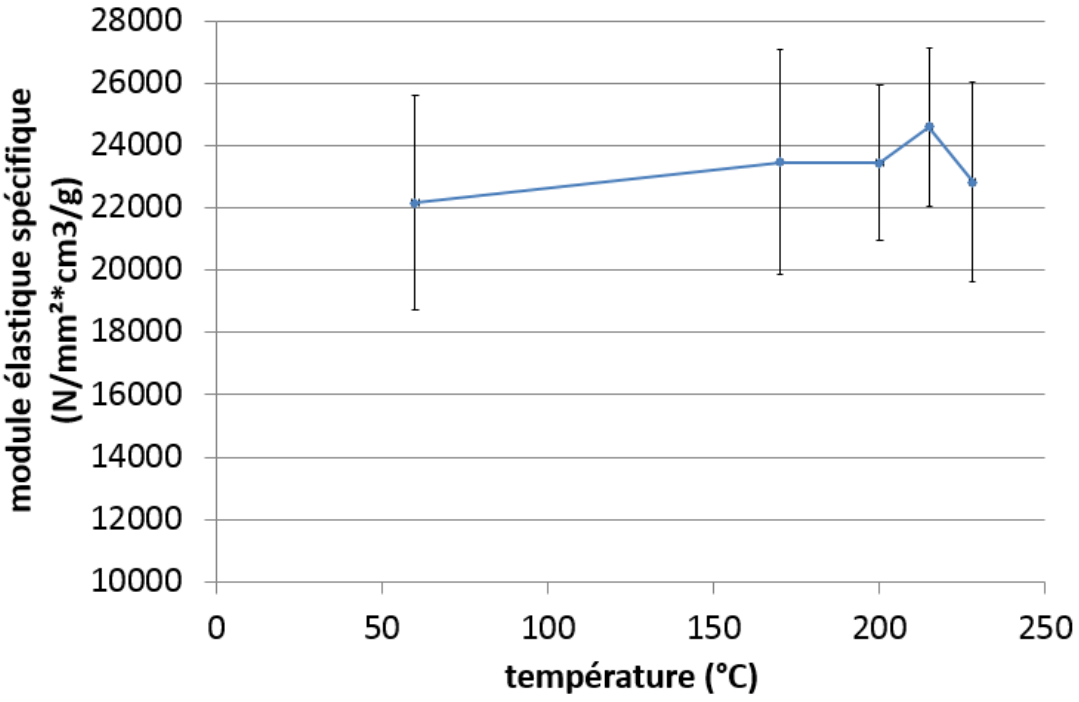


Figure 40 : Évolution du module élastique spécifique axial du frêne en fonction de sa température de traitement

En effet, la contrainte spécifique de rupture en flexion suit le même profil que la contrainte non spécifique, et, sur la Figure 41, décroit régulièrement avec la température de traitement, ne montrant donc pas de dépendance avec la masse volumique. La relation entre la densité et la contrainte à la rupture peut être plus marquée pour certaines essences, en particulier pour les résineux [Früwald, 2007].

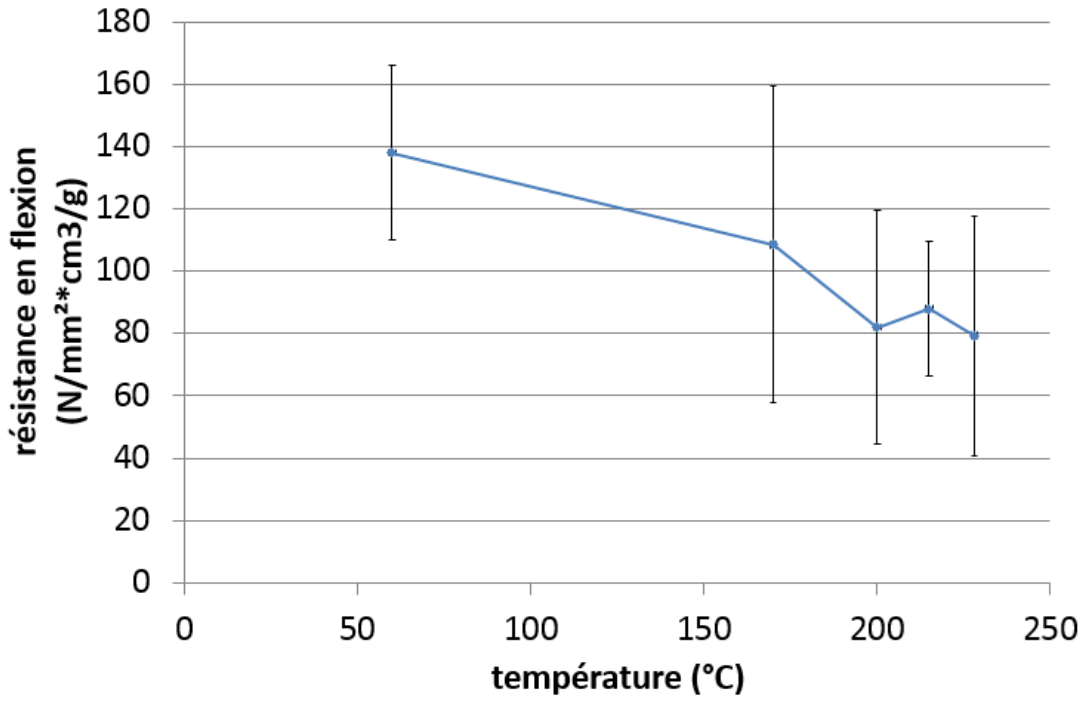


Figure 41 : Évolution de la contrainte spécifique du frêne en fonction de la température de traitement

Ces résultats montrent par ailleurs qu'il est difficile de comparer différentes études quand les propriétés mécaniques des bois chauffés dépendent non seulement de l'essence considérée, de l'intensité de traitement, mais aussi du procédé utilisé [Candelier et~al., 2013b]. De plus, les dispersions des résultats restent aussi importantes pour les bois chauffés que pour les bois non traités : le traitement thermique n'atténue pas la variabilité naturelle des propriétés mécaniques du bois, et empêche l'extrapolation de mesures ponctuelles à l'ensemble d'une production. Pour ces raisons, il est nécessaire de développer des indicateurs non destructifs qui permettraient de caractériser individuellement chaque planche chauffée.

L'indicateur rendant compte au plus près des changements induits par le traitement thermique, toutes essences et toutes technologies confondues, sur la durabilité, la couleur, et les propriétés mécaniques, est celui de la perte de masse [Chaouch et~al., 2010, Esteves et~al., 2007]. Mesurer cette perte de masse sur une planche consiste à la peser à l'état anhydre avant et après le traitement. Cette mesure peut se réaliser aisément à l'échelle du laboratoire en séchant totalement les planches avant et après traitement, mais cette manipulation n'est pas envisageable sur des centaines de planches de plus de 2 mètres de long, comme c'est souvent le cas dans des fours industriels. Le prochain chapitre poursuit cet objectif : trouver un moyen rapide, non destructif et industrialisable, pour caractériser la contrainte à la rupture, et la durabilité des bois chauffés.

La propriété de résistance mécanique ciblée par les indicateurs est celle de la résistance en flexion quatre points, car elle est avec le cisaillement, la propriété la plus dégradée par le traitement thermique (voir paragraphe 3.1.1) ; la résistance au cisaillement est en revanche plus difficile à mesurer [Yoshihara et~al., 1999, Yoshihara and Matsumoto, 2005]. Par ailleurs, le Figure 42 montre qu'avec une dispersion importante, la résistance au cisaillement ne semble pas être une propriété plus pertinente que la résistance en flexion pour estimer le comportement mécanique des bois chauffés.

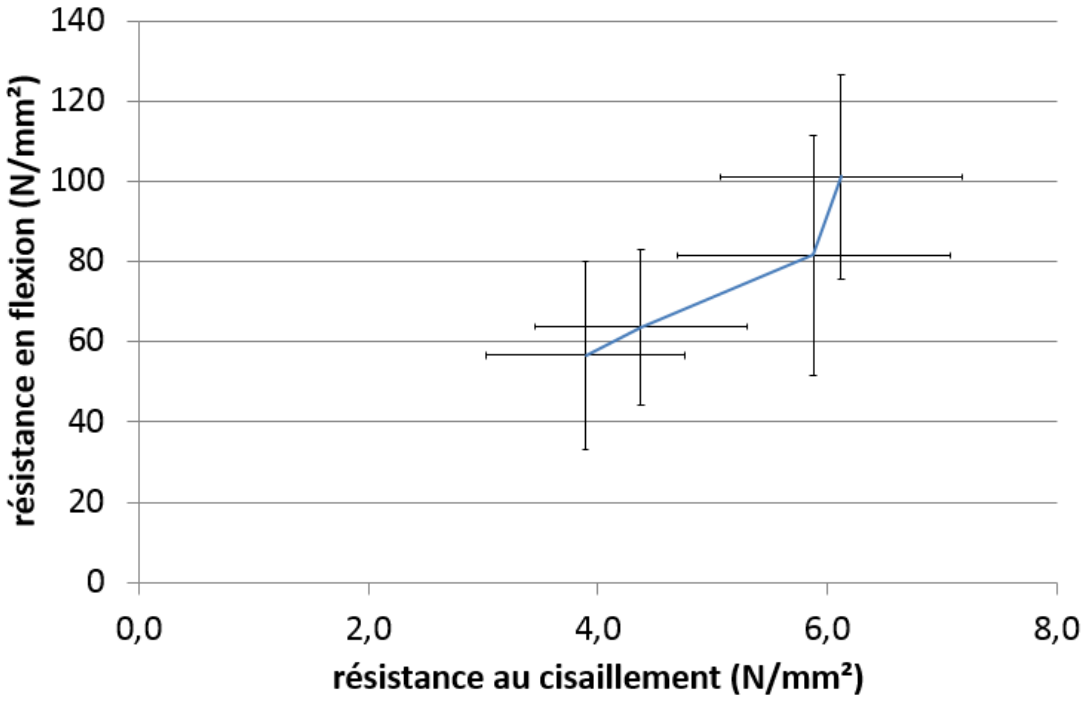


Figure 42 : Évolution de la résistance en flexion en fonction de la résistance au cisaillement pour le frêne chauffé à 170, 200, 215 et 228 °C

3.2 Durabilité

3.2.1 Résistance en classe d'emploi 3

S'il est montré que le traitement thermique améliore la durabilité du bois [Kamdem et~al., 2002, Sustersic et~al., 2010], les essences traitées et les procédés de traitement sont trop variés pour pouvoir transposer les résultats d'un échantillon à un autre. La caractérisation directe des produits de Bois Durables de Bourgogne est donc nécessaire pour vérifier leurs performances de durabilité. Les résultats des essais réalisés sur les échantillons traités et non traités sont présentés dans le Tableau 13.

Tableau 13 : Pertes de masses moyennes WL (en %) dues à l'attaque des champignons basidiomycètes *Coriolus versicolor* (CV), *Poria placenta* (PP), *Coniophora puteana* (CP) et *Gloaphyllum traebum* (GT)

	T (°C)	CV	PP	CP	GT
Chêne (avec aubier)	Non traité	48.25	12.01	26.34	9.21
	190	3.09	2.68	7.05	1.64
	210	2.96	5.88	2.47	1.34
Chêne (sans aubier)	Non traité	6.09	4.14	2.34	1.38
	190	3.24	1.24	4.18	2.72
	210	0.83	4.46	0.27	0.87
Douglas (avec aubier)	Non traité	0.59	27.69	40.42	11.06
	190	1.46	4.67	1.46	0.90
	215	1.02	13.74	1.36	0.63
Douglas (sans aubier)	Non traité	0.83	17.72	9.64	8.52
	190	1.63	3.26	1.11	1.15
	215	1.16	10.61	1.93	0.96
Frêne	Non traité	16.92	18.89	38.21	15.24
	190	2.03	2.63	1.46	1.20
	210	1.83	0.89	1.58	1.06
	215	1.51	1.16	1.09	2.85
Hêtre	Non traité	34.06	49.91	53.69	56.33
	190 °C	2.44	25.22	1.91	2.33
	215 °C	1.84	17.26	2.29	1.38
Peuplier	Non traité	10.92	42.74	25.71	37.30
	190	0.50	0.61	1.10	0.50
	215	1.58	13.5	0.98	0.77

À titre d'exemple, la Figure 43 montre les dégradations du hêtre qui passe d'une classe de durabilité 5 avant traitement à 3 après les chauffes à 190 ou 215 °C.

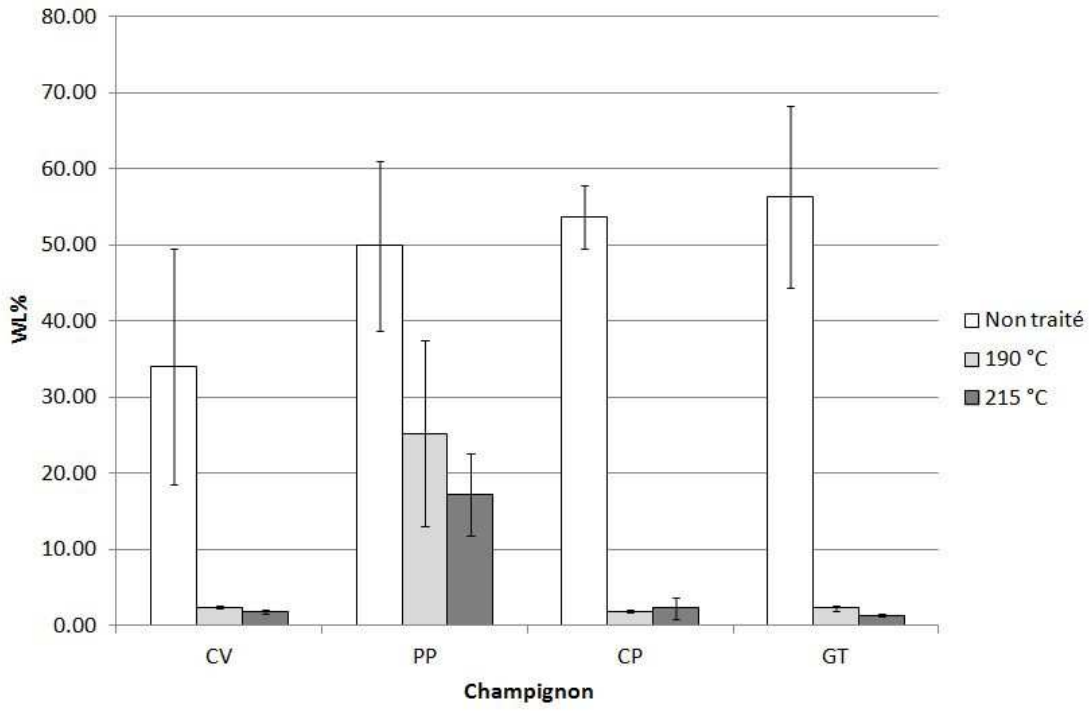


Figure 43 : Dégradation des éprouvettes de hêtre au bout de 12 semaines d'exposition au *Coriolus versicolor* (CV), *Poria placenta* (PP), *Coniophora puteana* (CP) et *Gloephyllum trabeum* (GT)

Les échantillons de chêne avec aubier, de douglas avec et sans aubier, de frêne, de hêtre et de peuplier suivent une évolution similaire pour passer à des dégradations jusqu'à plus de 40% avant traitement à des dégradations inférieures à 10% après leur chauffe.

Le chêne sans aubier est une essence naturellement durable en classe d'emploi 3 et est donc très peu dégradée. Ces faibles dégradations sont conservées après le traitement thermique et sont de l'ordre de 1 à 10% comme l'illustre la Figure 44. En sachant que les extractibles sont les principaux responsables de la durabilité naturelle du bois, il aurait pu être craint que le traitement thermique, touchant en premier lieu ces composés de faible masse moléculaire, dégrade cette bonne durabilité naturelle. Ce dernier résultat montre que malgré une différence de composition chimique, le chêne sans aubier est aussi durable avant qu'après traitement thermique.

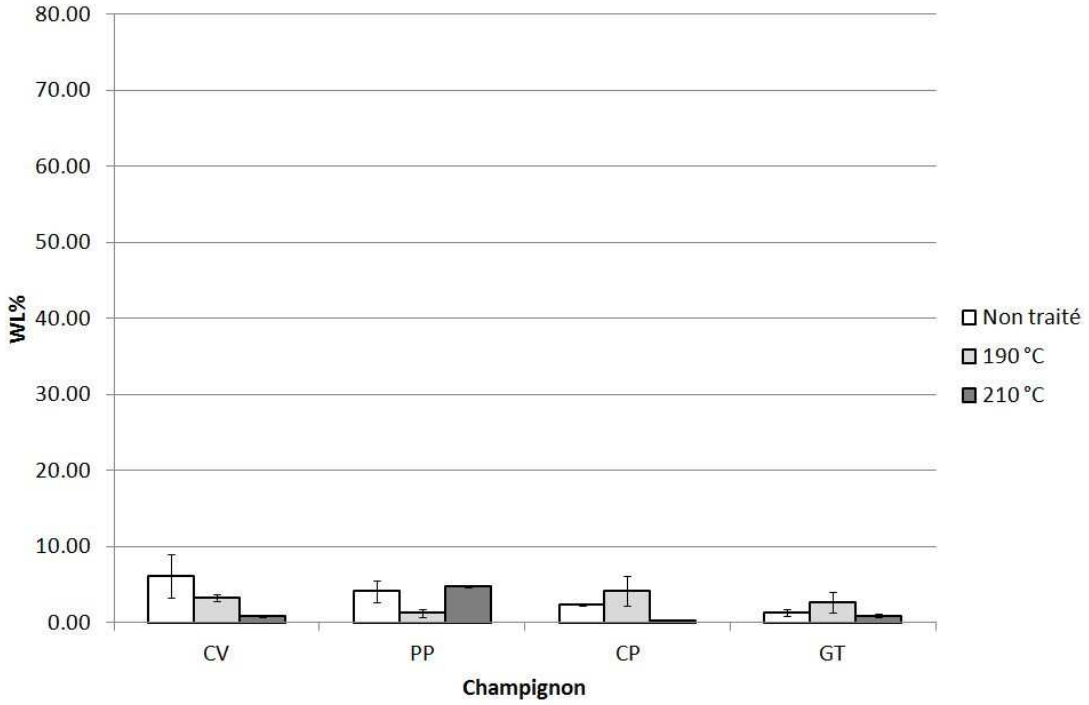


Figure 44 : Dégradation des éprouvettes de chêne sans aubier au bout de 12 semaines d'exposition au *Coriolus versicolor* (CV), *Poria placenta* (PP), *Coniophora puteana* (CP) et *Gloephyllum trabeum* (GT)

Le châtaignier est une essence qui d'après la norme FD P20-651 a une durabilité comparable à celle du chêne. En parallèle à cette campagne, des essais complémentaires sur du châtaignier hors aubier montrent que la conclusion est la même : cette essence naturellement très durable (classe de durabilité 1) reste très durable après un traitement à 210 °C.

Rowell justifie la meilleure durabilité des bois chauffés par la dégradation des hémicelluloses pendant le traitement [Rowell, 2009]. La présence d'extractibles dans le duramen est responsable de sa meilleure durabilité naturelle par rapport à l'aubier. Si le traitement thermique lave les extractibles naturellement présents dans le bois, leur concentration reste plus importantes après le traitement, même dans le cas d'un traitement sous vide [Candelier et~al., 2013a]. Leurs natures sont différentes, mais les produits de dégradation de la lignine mènent à la formation de composés phénoliques qui pourraient être aussi en partie responsables de la meilleure durabilité des bois chauffés [Gierlinger et~al., 2004].

D'une manière générale, les résultats des essais montrent que les produits de Bois Durables de Bourgogne ont une durabilité face aux champignons basidiomycètes suffisante pour envisager des applications dans des conditions extérieures sans contact avec le sol correspondant aux classe d'emploi 3a et 3b de la norme EN 335-2.

Il est intéressant de noter que pour beaucoup d'échantillons, la souche de *Poria placenta* demeure la souche la plus virulente sur les bois chauffés. Pour toutes les essences, le hêtre mis à part, le Tableau 13 montre que la souche de *Poria placenta* devient plus virulente pour les températures hautes (210 et 215 °C) que les températures basses (190 °C). Cette différence peut-être expliquer soit par le fait que les mycélliums utilisés pour les deux campagnes (basse et haute température) ne sont pas les mêmes. La seconde hypothèse pour expliquer cette évolution innattendue est celle d'une affinitée prononcée entre le *Poria placenta* et les bois chauffés. Cette tendance demeure toutefois difficile à interpréter puisque le *Poria placenta* est un champignon de pourriture brune, c'est-à-dire qu'il dégrade en priorité la cellulose, et que celle-ci est partiellement dégradée avec le traitement thermique. La dernière hypothèse émise pour expliquer ce phénomène est celle de conditions en oxygène variables entre les différentes cuissons. La quantité en oxygène présente dans l'enceinte de traitement peut en effet modifier les mécanismes de dégradation du bois et la durabilité conférée qui en découle.

Les conditions de l'expérience et les sources fongiques étant contrôlées et supposées identique à chaque répétition, Van Acker propose un classement de durabilité basé, non pas sur les dégradations d'un échantillon témoin, mais directement en fonction de la perte de masse [Van Acker et~al., 2003]. Ce classement est présenté dans le Tableau 14 et est supposé donner des résultats plus proches de ceux présentés par la norme EN 350-2 qui propose des classes de durabilité pour les essences les plus courantes en Europe.

Tableau 14 : Classes de durabilité en fonction de la perte de masse due à l'attaque des champignons basidiomycètes [Van Acker et~al., 2003]

Classe de durabilité	Description	Perte de masse WL
1	Très durable	$WL \leq 5$
2	Durable	$5 < WL \leq 10$
3	Moyennement durable	$10 < WL \leq 15$
4	Peu durable	$15 < WL \leq 30$
5	Non durable	$30 < WL$

En considérant ce nouveau classement, les classes de durabilité diffèrent sensiblement de celles qui sont attribuées en faisant le calcul du rapport de durabilité x. Les classements obtenues sont exposés dans le Tableau 15.

Tableau 15 : Classes de durabilités des échantillons testés en classe d'emploi 3, d'après le rapport de durabilité x ou d'après la perte de masse

	T (°C)	Durabilité (x)	Durabilité (WL)	Champignon le plus virulent
Chêne (avec aubier)	Non traité	5	5	CV
	190	1	2	CP
	210	1	2	PP
Chêne (sans aubier)	Non traité	1	2	CV
	190	1	1	CP
	210	1	1	PP
Douglas (avec aubier)	Non traité	-	5	CP
	190	-	1	PP
	215	-	3	PP
Douglas (sans aubier)	Non traité	-	4	PP
	190	-	1	PP
	215	-	3	PP
Frêne	Non traité	5	5	CP
	190	1	1	PP
	210	1	1	CV
	215	1	1	GT
Hêtre	Non traité	5	5	CP
	190	3	4	PP
	215	3	4	PP
Peuplier	Non traité	5	5	PP
	190	1	1	CP
	215	2	3	PP

L'apparente diminution de la durabilité du peuplier entre 190 et 215 °C pourrait être due ici à une erreur de manipulation qui aurait conduit la souche de *Poria placenta* (PP) à ne pas attaquer le bois du peuplier chauffé à 190 °C, et à ne considérer que deux éprouvettes sur les six testées pour calculer la perte de masse moyenne de moins de 1% due à l'attaque de ce champignon. Cependant, la même évolution avec le même champignon est constatée sur le douglas. Il est donc possible qu'un effet de la température explique cette moins bonne durabilité à 215 °C qu'à 190 °C, mais c'est un effet qui n'est pas en accord avec les tendances observées dans la littérature où la durabilité augmente avec l'intensité de traitement.

Les classements d'après les rapports de durabilité x ont tendance à surestimer la durabilité des bois, chauffés ou non, par rapport aux classements déterminés directement d'après la perte de masse WL. Ces écarts peuvent refléter des conditions d'exposition en laboratoire pas assez sévères, menant à des dégradations de l'échantillon de référence trop faibles.

En vue d'établir des normes d'essais de durabilité pour les bois chauffés, il est difficile ici d'écarter des sources fongiques parmi celles testées, car selon l'essence et l'intensité de traitement, toutes apparaissent au moins une fois comme le champignon le plus virulent. Si une seule doit être préférée, celle du *Poria placenta* (PP) se distingue des autres comme étant virulente contre toutes les essences au moins pour une intensité de traitement.

Les rapports de durabilité du douglas ne sont pas calculés en raison de l'échantillon de pin sylvestre servant de référence et dont les dégradations n'ont pas été jugée suffisante pour valider les essais.

3.2.2 Résistance en classe d'emploi 4

Au sens de la norme EN 599, un produit de préservation pour la classe d'emploi 4 doit d'abord satisfaire les exigences de la classe d'emploi 3, et présenter une résistance aux champignons basidiomycètes suffisante avant de tester la résistance vis-à-vis de la pourriture molle. Donc seuls les échantillons suffisamment durables pour satisfaire les exigences de la classe d'emploi 3 sont testés en classe d'emploi 4 ; suite aux résultats précedemment exposées et aux discussions autour des essais déjà obtenus par le LERMAB, il s'agit :

- du chêne sans aubier chauffé à 190 °C,
- du frêne chauffé à 210 et 215 °C,
- et du peuplier chauffé à 215 °C.

En plus de ceux-ci, et suite aux campagnes d'essais sur des grandes planches de frêne, les échantillons de frêne chauffés entre 170 et 228 °C sont exposés aux mêmes conditions. Pour chaque essence, des éprouvettes non traitées sont également mis en contact avec le même sol à titre de comparaison. Le chêne avec aubier est écarté de cette campagne car sa durabilité n'est pas jugée suffisante pour un emploi en classe 3, à la vue des dégradations causées par d'autre souches de champignons non présentées ici[14].

Les pertes de masses moyennes au bout de 24 et 32 semaines de contact avec le sol sont présentées dans le Tableau 16.

Après trente deux semaines d'exposition, la dégradation des éprouvettes non traitées par la pourriture molle et les micro-organismes se situe entre 25% (chêne sans

[14] En plus des souches fongiques proposées dans le chapitre 2, les champignons *Phanerochaete chrysosporium* et *Pycnoporus sanguineus* ont été testés. C'est la dégradation du chêne avec aubier face à cette dernière souche qui nous a conduit à écarter cet échantillon des essais en classe 4.

aubier) et plus de 40% (hêtre et peuplier). Dans les mêmes conditions, les échantillons chauffés à plus de 200 °C restent intactes à plus de 95%. L'essence de hêtre a d'abord permi de vérifier la virulence des sols, mais sert aussi de référence comme essence feuillue considérée comme non durable. La Figure 45 montre les dégradations des éprouvettes de frêne chauffé à 215 °C en comparaison avec le frêne non traité.

Tableau 16 : Pertes de masses moyennes WL (en %) dues à l'attaque de la pourriture molle et des micro-organismes du sol après 24 et 32 semaines d'exposition pour des bois traités thermiquement

	T (°C)	WL 24 semaines	WL 32 semaines	Rapport de durabilité x
Chêne (sans aubier)	Non traité	21.3	26.3	0.63
	190	6.0	5.9	0.14
Frêne	Non traité	24.8	35.9	0.87
	170	21.4	21.6	0.52
	200	4.8	4.8	0.12
	215	3.3	3.5	0.09
	228	2.5	2.7	0.07
Hêtre	Non traité	37.0	41.5	1.00
Peuplier	Non traité	35.0	42.7	1.03
	215	2.0	1.3	0.03

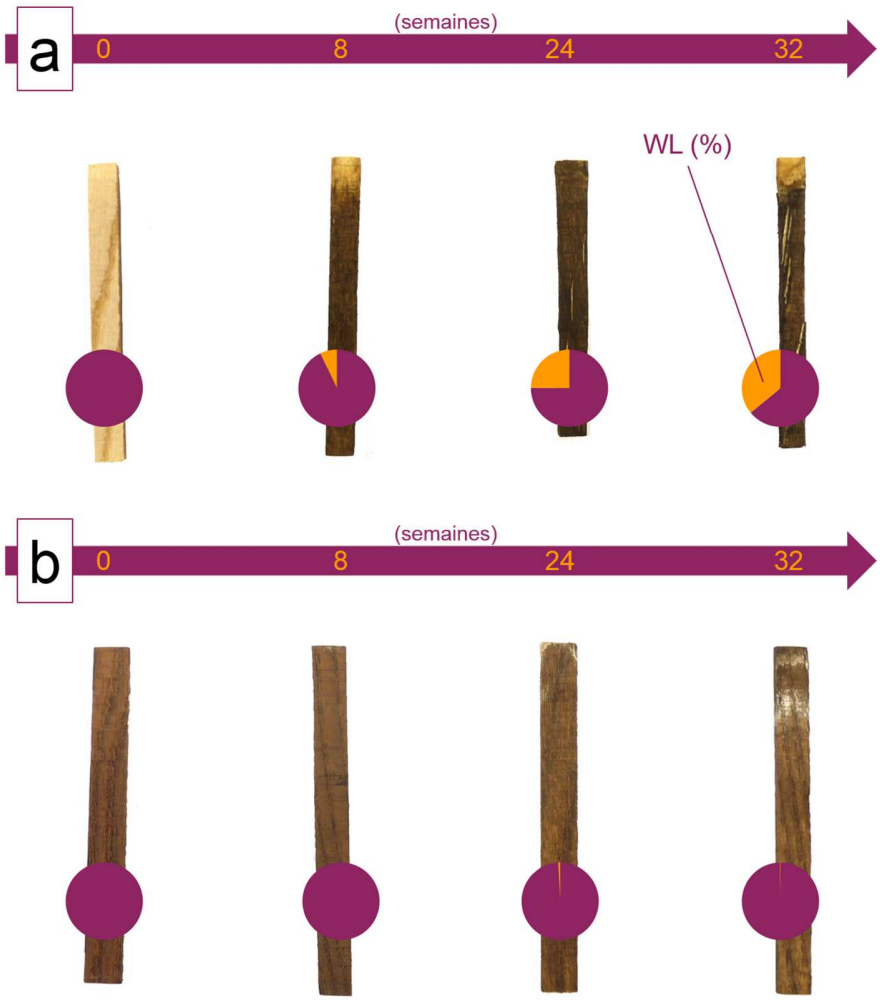


Figure 45 : Dégradation des éprouvettes de frêne en contact avec le sol après 8, 24, et 32 semaines d'exposition pour le frêne non traité (a) et le frêne chauffé à 215 °C (b)

Les échantillons traités perdant plus de 5% de leur masse sont le chêne sans aubier chauffé à 190 °C et le frêne chauffé à 170 °C qui sont dégradés respectivement à 6 et 22% après trente deux semaines d'exposition. L'analyse des produits de dégradation montre en effet que peu de composés sont formés avant la température de 200 °C [Candelier et~al., 2011]. Le guaiacol, la vanilline, le syringol et l'acétovanillone, qui sont les produits de dégradations issus des lignines, n'apparaissent qu'à partir de 200 °C, et sont présents de manière plus prononcée au-delà de cette température. Cette cinétique de dégradation peut expliquer les différences de durabilités entre les échantillons traités à 170 ou 190 °C et ceux chauffés à plus de 200 °C.

Le calcul des rapports de durabilité x donnent des valeurs inférieures à 0.1 pour tous les échantillons chauffés à plus de 200 °C, ce qui leur confère une classe de

durabilité de 1. Cette classe de durabilité est suffisante d'après la norme EN 460 pour des emplois en classe 4.

Ce résultat est conforté par des essais menés en même temps sur des bois traités chimiquement pour un usage en classe d'emploi 4 : les pertes de masse des échantillons ayant subi un traitement Accoya sont présentées dans le Tableau 17. Les échantillons de frêne chauffés à 215 et 228 °C subissent des dégradations proches de celles des échantillons traités chimiquement.

Tableau 17 : Pertes de masses moyennes WL (en %) dues à l'attaque de la pourriture molle et des micro-organismes du sol après 24 et 32 semaines d'exposition pour des bois traités chimiquement (traitement Accoya)

	24 semaines	32 semaines
Aulne	1.5	1.7
Hêtre	3.7	3.5
Pin	1.7	1.7

Par ailleurs, cette expérience montre sur tous les échantillons que les bois ne se dégradent pas ou peu entre les semaines 24 et 32. Cela suppose donc que la période d'exposition peut être réduite à 24 semaines pour des essais de durabilité des bois chauffés.

Welzbacher n'est pas aussi optimiste sur la propension des bois chauffés à être utilisés en contact avec le sol [Welzbacher and Rapp, 2007]. Son étude porte sur une durée plus longue (cinq ans), et montre que si le traitement thermique améliore effectivement la résistance du bois aux champignons, la durabilité conférée n'est pas suffisante selon lui pour des emplois en classe 4. Cette conclusion, confrontée aux résultats de cette étude, montre que la dégradation observée après les trente deux semaines d'exposition préconisées par la norme ne semble pas transposable à une dégradation sur des temps d'observation plus longs. Les normes d'essais établies pour les bois non traités ne semblent donc pas transposables directement aux bois traités thermiquement.

En considérant tout de même les résultats des tests standardisés à l'échelle du laboratoire, les améliorations de durabilités en classe d'emploi 3 et 4 ne semblent pas être dues aux mêmes changements chimiques ayant lieu pendant le traitement. En effet, les travaux du LERMAB ont établi des relations linéaires entre la perte de masse due au traitement thermique et la dégradation des éprouvettes par les souches fongiques rencontrées en classe d'emploi 3, alors que la Figure 46 met davantage l'idée d'un seuil de température comme critère de résistance aux champignons et micro-organismes présents en classe d'emploi 4.

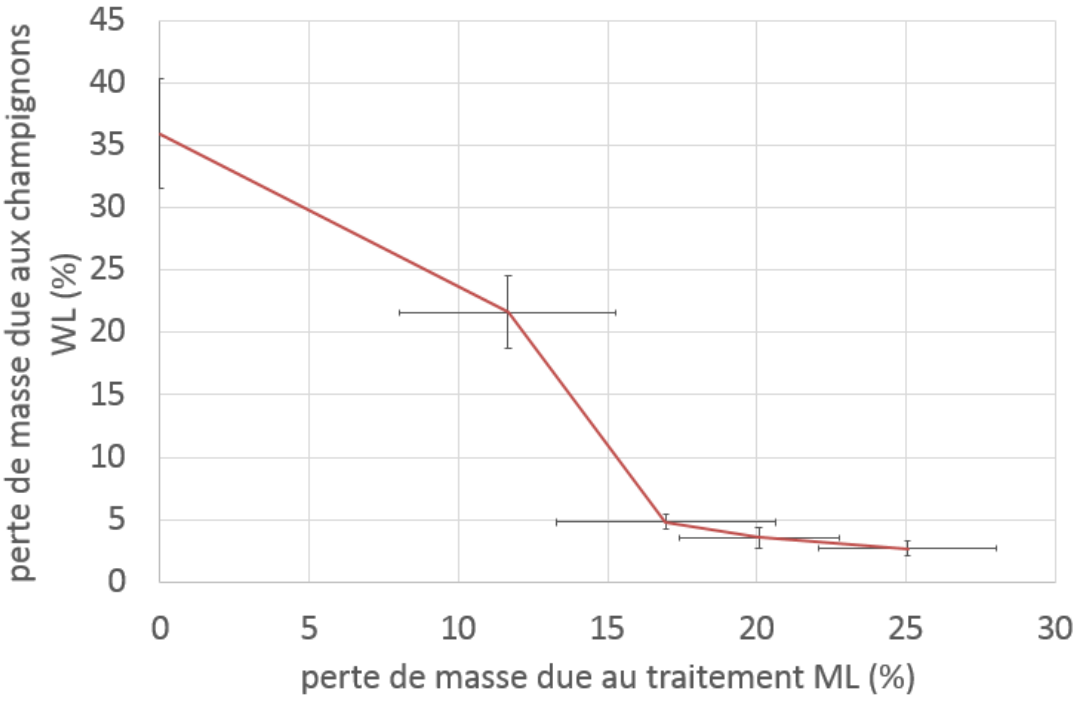


Figure 46 : Dégradation WL des éprouvettes de frêne en contact avec le sol après 32 semaines d'exposition pour le frêne en fonction de la perte de masse due au traitement thermique

L'indicateur pour garantir une résistance en classe d'emploi 4 serait donc un seuil de température, alors que la perte de masse due au traitement thermique ML reste un indicateur pour la résistance en classe d'emploi 3.

3.3 Conclusions

La caractérisation du chêne, du douglas, du frêne, du hêtre et du peuplier chauffés à différentes températures montre que les bois traités thermiquement de Bois Durables de Bourgogne peuvent prétendre à des emplois en extérieur en classes 3a et 3b, ce qui est en accord avec la plupart des résultats de la littérature. Malgré la migration des extraits naturels avec le traitement thermique, les bois naturellement durables avant le traitement le demeurent après le traitement. Ce sont les cas en particulier du chêne et du châtaignier.

Les essais en laboratoire, testant l'aptitude des bois chauffés à être mis en contact avec le sol, montrent que le traitement thermique confère une durabilité proche de celles obtenues par des bois traités chimiquement. Pour ces essais en classe d'emploi 4, une période d'exposition de 24 semaines conduit aux mêmes conclusions qu'avec une exposition de 32 semaines, alors que les rares études ayant conduit des essais en plein champ pendant plusieurs années concluent que la durabilité des bois chauffés n'est pas suffisante pour des emplois en contact avec le sol. Ces résultats opposés peuvent montrer la diversité des produits chauffés, ou bien remettre en cause les protocoles d'essais en laboratoire, inspirés des normes adoptées aux bois non traités, comme n'étant pas assez sévères.

L'influence du traitement thermique est appréciée sur l'ensemble des propriétés mécaniques de la norme européenne de classement EN 338. La diminution des propriétés de résistance est en accord avec la littérature, mais toutes n'évoluent pas de la même façon : avec une diminution de plus de 70%, la résistance en cisaillement est la propriété la plus affectée négativement, alors que la résistance en compression axiale augmente d'environ 10% sur du frêne chauffé à 210 °C. A cette température, le module élastique axial évolue peu avec le traitement, tandis que le module élastique transversal augmente de plus de 60%. Malgré des variations hétérogènes, la norme EN 338 reste sécuritaire pour estimer les propriétés mécaniques du bois sur de petites éprouvettes sans défaut, exceptée pour la résistance au cisaillement.

L'observation de l'ensemble des propriétés mécaniques est un pas de plus vers la compréhension des changements induits par le traitement thermique. Mais une approche statistique plus globale prenant en compte à la fois des propriétés mécaniques et de durabilité, permet à Guo d'effectuer un classement propre aux bois chauffés [Guo et~al., 2014]. Son étude est basée sur l'analyse de peuplier chauffé entre 170 et 230 °C avec des durées comprises entre une et cinq heures. Les propriétés mesurées sont celles du gonflement, du retrait, de l'humidité d'équilibre, de la résistance en flexion, du module élastique, de la masse volumique, de la couleur et de la durabilité vis-à-vis de la

source fongique du Gloephyllum traebum (appelé GT dans au paragraphe 3.2.1). Le traitement des résultats par partitionnement de données (cluster analysis en anglais) conduit à former trois groupes homogènes de bois chauffés dont les propriétés mesurées sont proches. Ces résultats sont présentés sur la Figure 47.

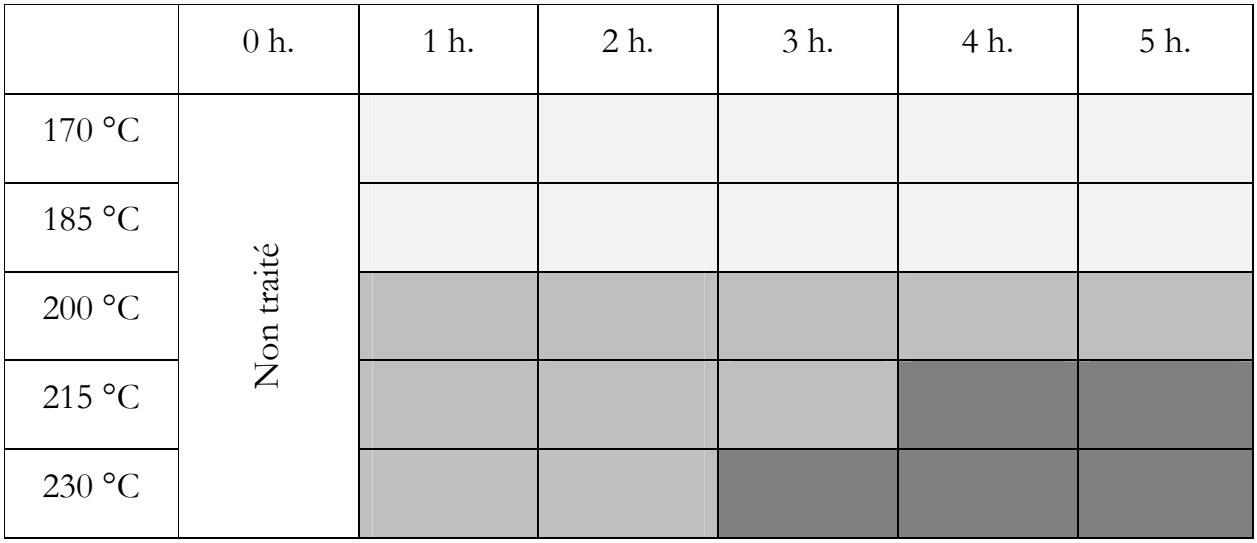


Figure 47 : Groupes formés par le partitionnement de données sur du peuplier chauffé [Guo et~al., 2014] : un groupe est représenté par un niveau de gris

Ces résultats sont une vue globale du peuplier chauffé qui mérite d'être étendue à d'autres essences et d'autres procédés. Mais ce système de classement présente l'inconvénient d'être relativement rigide vis-à-vis de la conduite des cycles de traitement puisqu'il ne considère que le traitement pendant sa phase la plus effective, c'est-à-dire durant le maintien de la température maximale. Or nous verrons en 4.3 que le profil de température est une information précieuse vis-à-vis de la caractérisation des bois chauffés.

Le prochain chapitre est consacré à la recherche d'une mesure non destructive permettant à la fois d'estimer le module de rupture en flexion, choisi comme propriété de référence pour la résistance mécanique, et la perte de masse, considérée comme un indicateur de la résistance aux champignons basidiomycètes. Les deux doubles-flèches en orange de la Figure 48 schématisent les relations recherchées avec les indicateurs non destructifs.

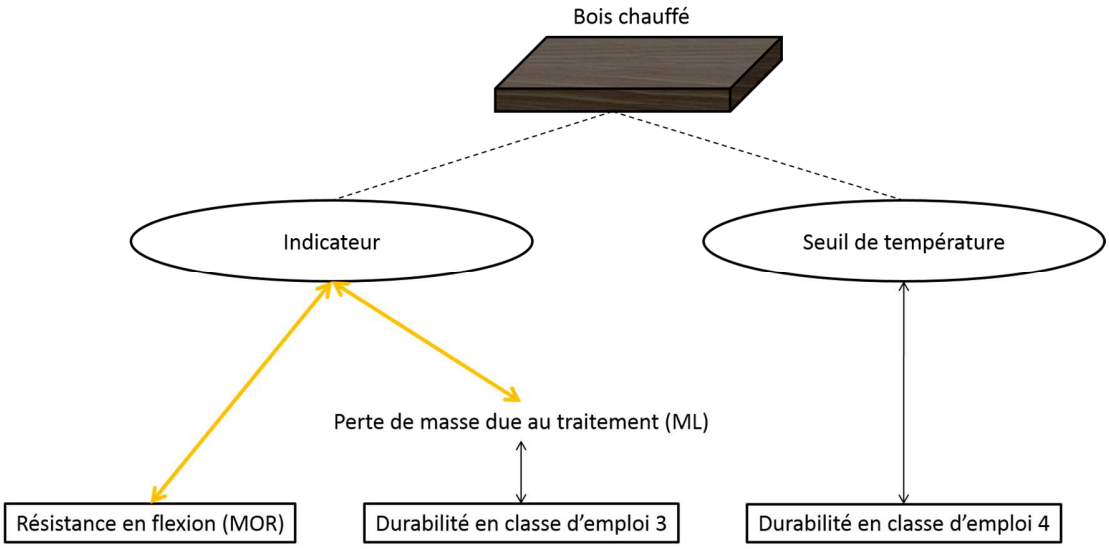


Figure 48 : Relations cherchées avec les indicateurs

4 Recherche d'indicateurs

4.1 Analyse vibratoire

4.1.1 Estimation de la résistance en flexion

Connaissant les dimensions d'un avivé[15] et sa masse, son analyse vibratoire en flexion permet d'obtenir les informations de module élastique, et de module de cisaillement.

Une première approche consiste d'abord à observer la relation entre ces informations, et le module de rupture en flexion. Cette relation est une régression linéaire multiple, et le module de rupture estimé MOR_{BING} est défini ici tel que :

$$MOR_{BING} = \alpha_\rho \rho + \alpha_{MOE} MOE + \alpha_G G + C_1 \quad (4.1)$$

Où ρ est la masse volumique, MOE le module élastique, G le module de cisaillement, et C_1 une constante.

Avec des petites éprouvettes sans défaut de bois non traité, l'analyse vibratoire se révèle être un bon indicateur du module de rupture. La Figure 49 montre que le module de rupture est estimé avec une détermination de plus de 75%, ce qui justifie l'emploi en industrie de l'analyse vibratoire comme moyen de classement mécanique des bois non traités.

[15] Bois scié de section rectangulaire

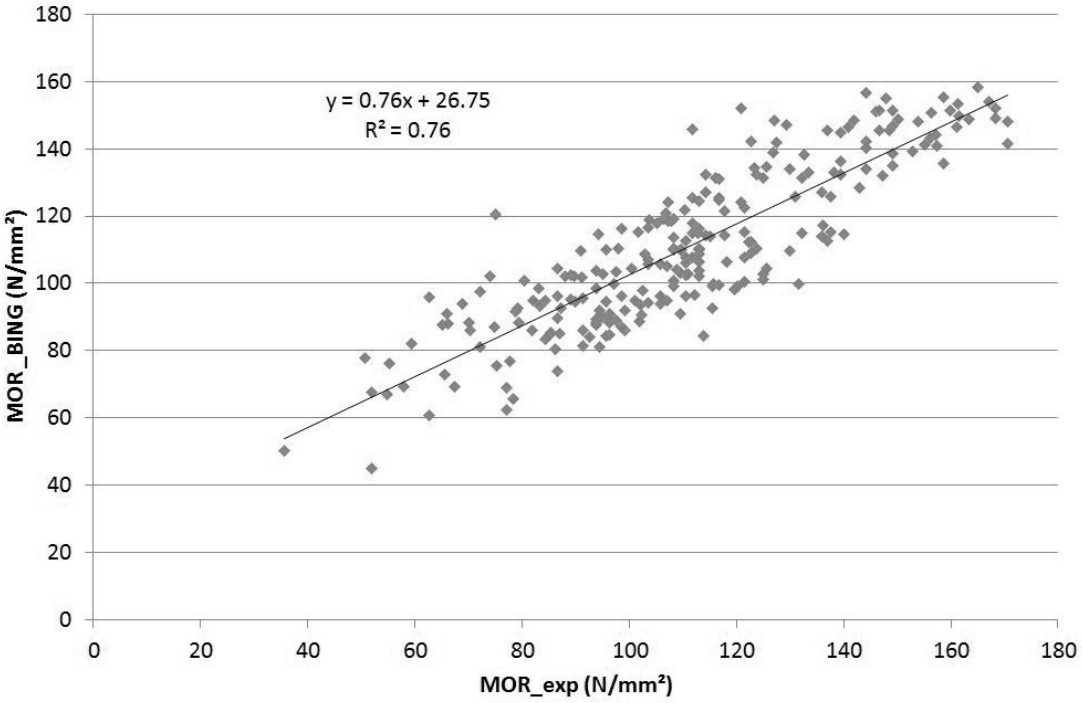


Figure 49 : Corrélation entre le module de rupture estimé par l'analyse vibratoire et le module de rupture réel obtenu en flexion destructive de petites éprouvettes sans défaut de bois non traités (chêne, douglas, frêne, hêtre et peuplier)

Toujours avec de petites éprouvettes sans défaut, la même analyse sur du bois chauffé est illustré Figure 50. Le module de rupture est estimé avec moins de précision que sur le bois non traité, et cette tendance est due à des corrélations moins fortes entre le module de rupture et chacune des informations de l'analyse vibratoire comme le montre le Tableau 18.

Tableau 18 : Coefficients de détermination R^2 entre les modules de rupture (MOR) d'éprouvettes sans défaut et leurs masses volumiques (ϱ), leurs modules élastiques (MOE), et leurs modules de cisaillement (G)

	Bois non traités	Bois chauffés
ϱ	0.38	0.20
MOE	0.56	0.43
G	0.24	0.10

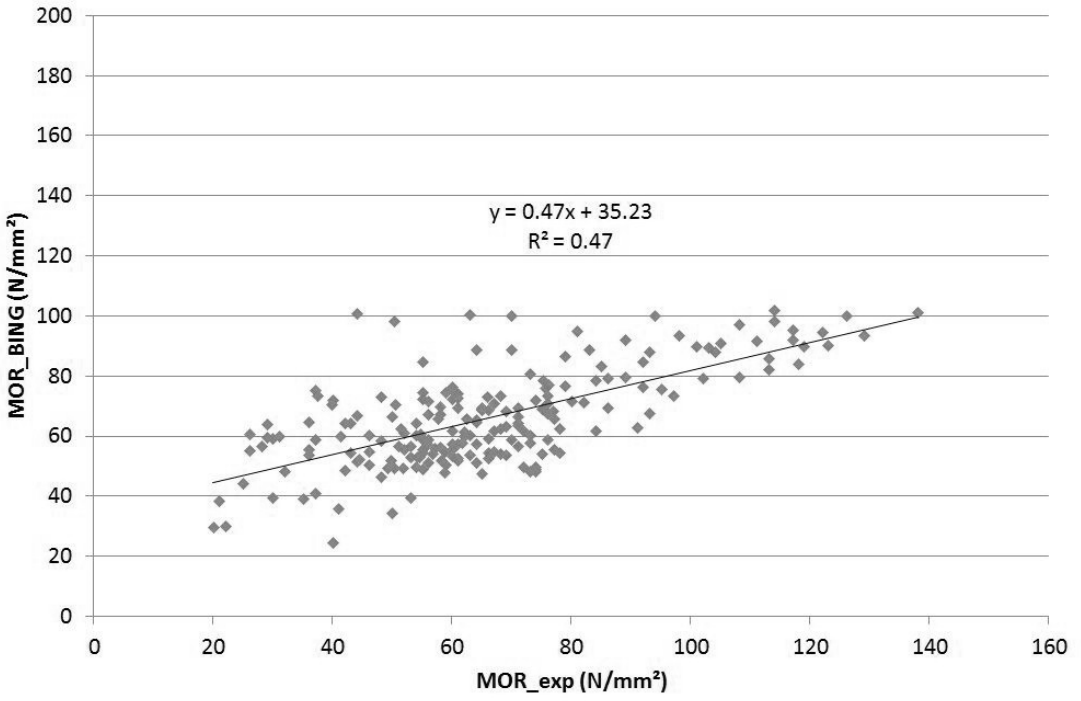


Figure 50 : Corrélation entre le module de rupture estimé par l'analyse vibratoire et le module de rupture réel obtenu en flexion de petites éprouvettes sans défaut de bois chauffés à 190 et 215 °C (chêne, douglas, frêne, hêtre et peuplier)

Ces résultats montrent que le module de rupture après traitement ne peut plus être estimé directement à partir de la seule mesure d'analyse vibratoire.

Une seconde approche que nous avons étudiée consiste à estimer la variation du module de rupture en fonction des variations des informations de l'analyse vibratoire dues au traitement thermique. L'équation 4.1 devient alors :

$$\Delta MOR_{BING} = \beta_\rho \Delta\rho + \beta_{MOE}\Delta MOE + \beta_G \Delta G + C_2 \qquad (4.2)$$

Où $\Delta\rho$, ΔMOE, ΔG sont les variations de masse volumique, module élastique, et module de cisaillement dues au traitement thermique, et C_2 une constante.

La Figure 51 illustre cette nouvelle corrélation sur des petites éprouvettes sans défaut de bois chauffés, et montre que la variation de module de rupture peut être estimée à près de 80%.

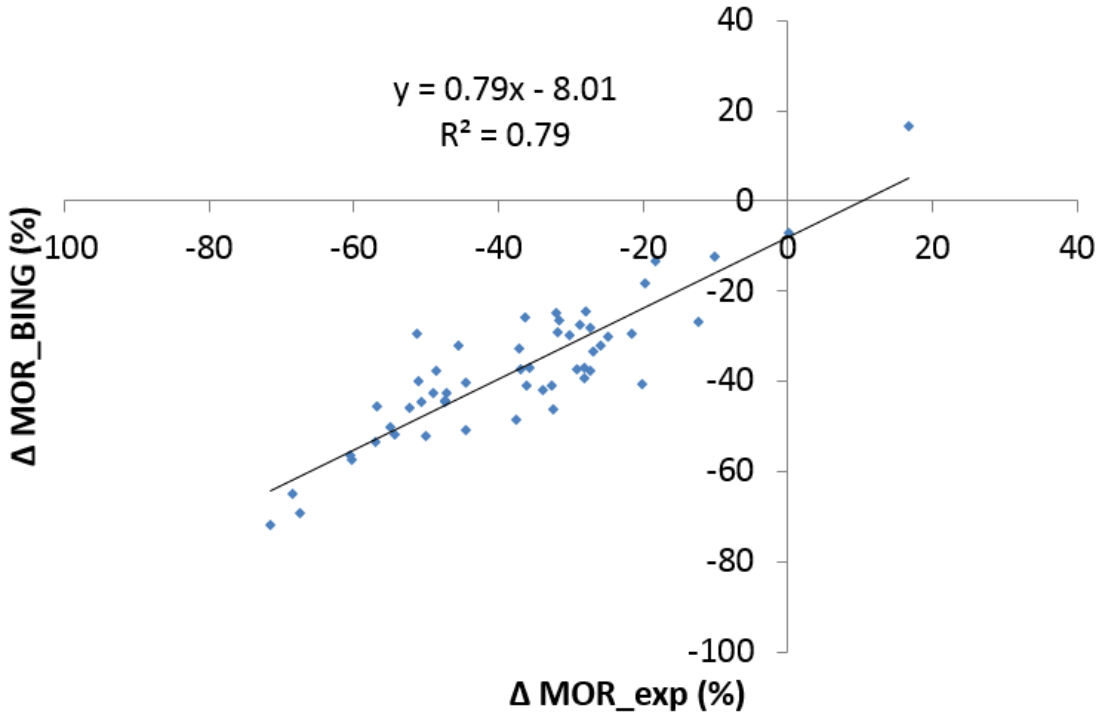


Figure 51 : Corrélation entre la variation de module de rupture estimée par l'analyse vibratoire et la variation de module de rupture obtenu en flexion destructive de petites éprouvettes sans défaut de bois chauffés (chêne, douglas, frêne, hêtre et peuplier)

Si toutes les essences sont représentées en même temps sur ce graphique, il convient de souligner que les régressions ont été faites indépendamment sur chaque essence, et que les coefficients β_ρ, β_{MOE}, β_G et la constante C_2 diffèrent d'une essence à l'autre. Ces valeurs sont présentées dans le Tableau 19. Il en va de même pour les coefficients de détermination qui montrent que si, de manière générale, l'analyse vibratoire peut estimer les variations de résistance en flexion, d'autres moyens doivent être trouvés pour l'essence de hêtre. Cette conclusion mériterait davantage d'investigations pour savoir si la mauvaise relation entre l'élasticité et la résistance du hêtre est due, par exemple à son anatomie[16].

Une tendance se dégage toutefois des figures ci-après montrant que les variations de modules élastiques ΔMOE sont les facteurs permettant d'expliquer le mieux les variations de résistances en flexion. Les variations de masses volumiques sont également un facteur important, et, dans une moindre mesure, les variations de modules de cisaillement.

[16] Le bois de hêtre est un bois à pores diffus, c'est-à-dire que le bois de printemps est semblable au bois d'été.

Tableau 19 : Valeurs des coefficients β_ρ, β_{MOE}, β_G et de la constante C_2 pour chacune des essences chauffées, et coefficients R^2 entre les modèles et les mesures destructives de la résistance en flexion

	β_ρ	β_{MOE}	β_G	C_2	R^2
Essence	(cm3/g)	(mm2/N)	(mm2/N)	(%)	-
Chêne (avec aubier)	0.46	0.80	0.13	-41.43	0.89
Chêne (sans aubier)	3.24	0.80	-0.84	-13.95	0.97
Douglas (avec aubier)	1.43	0.50	-0.09	-26.71	0.51
Douglas (sans aubier)	1.44	0.73	0.07	-27.20	0.75
Frêne	-0.54	1.05	0.23	-39.38	0.82
Hêtre	1.19	-0.43	-0.14	-30.62	0.10
Peuplier	2.44	-0.88	-0.65	-32.92	0.83

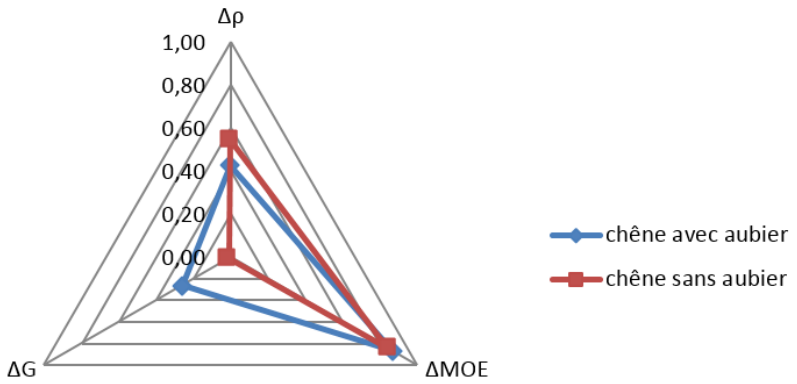


Figure 52 : Coefficients de détermination entre les variations de masses volumiques, de modules élastiques, de modules de cisaillement et les variations de résistances en flexion d'éprouvettes sans défaut de chêne

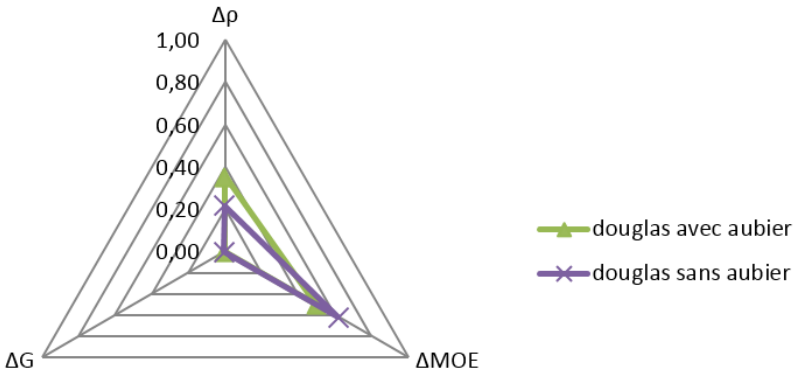


Figure 53 : Coefficients de détermination entre les variations de masses volumiques, de modules élastiques, de modules de cisaillement et les variations de résistances en flexion d'éprouvettes sans défaut de douglas

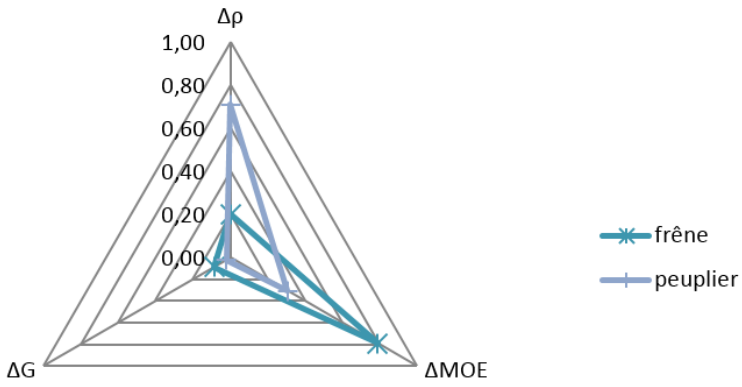


Figure 54 : Coefficients de détermination entre les variations de masses volumiques, de modules élastiques, de modules de cisaillement et les variations de résistances en flexion d'éprouvettes sans défaut de frêne et de peuplier

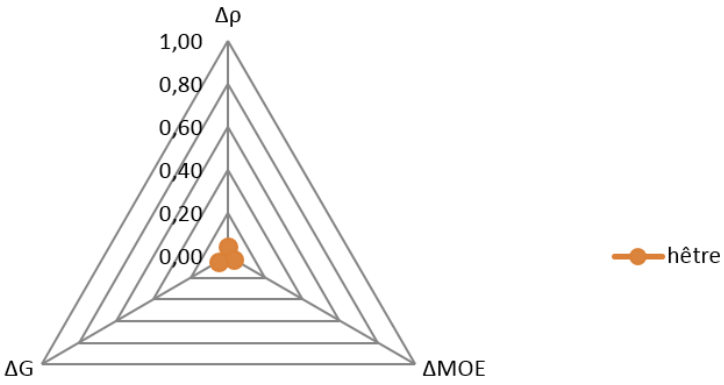


Figure 55 : Coefficients de détermination entre les variations de masses volumiques, de modules élastiques, de modules de cisaillement et les variations de résistances en flexion d'éprouvettes sans défaut de hêtre

Ce résultat est d'autant plus surprenant qu'il a été montré au paragraphe 3.1 que le module élastique axial varie peu sur des éprouvettes de frêne sans défaut, et l'observation plus détaillée des variations de modules élastique pour chacune des éprouvettes révèle à la fois des augmentations et des diminutions au sein d'un même échantillon.

Mis à part le hêtre, ces relations sont encourageantes vis-à-vis de l'estimation du module de rupture, et demandent à être confirmées sur des éprouvettes de plus grandes dimensions présentant éventuellement des défauts.

Ce travail est réalisé sur un échantillon de frêne dont les planches mesurent deux mètres de long. Avant d'analyser les résultats, les couples de planches traitées et non traitées sont classés selon la différence de nodosité qui existe entre les deux planches, l'objectif étant de ne garder que les planches étant a priori jumelles d'un point de vue

mécanique. Si des différences de nœuds trop importantes existent entre deux planches supposées jumelles, celles-ci sont écartées afin de fausser le moins possible le calcul de la variation de résistance ΔMOR due au traitement.

La nodosité est dans un premier temps évaluée grâce aux images de densités obtenues avec le scanner disponible au LaBoMaP. Ce scanner permet d'après les profils densitométriques de détecter la présence de nœuds au milieu du bois sain [Jehl, 2012].

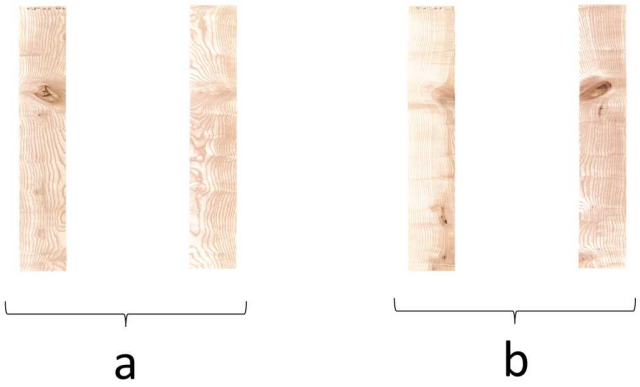


Figure 56 : Images des faces de deux planches jumelles avec la présence d'un défaut

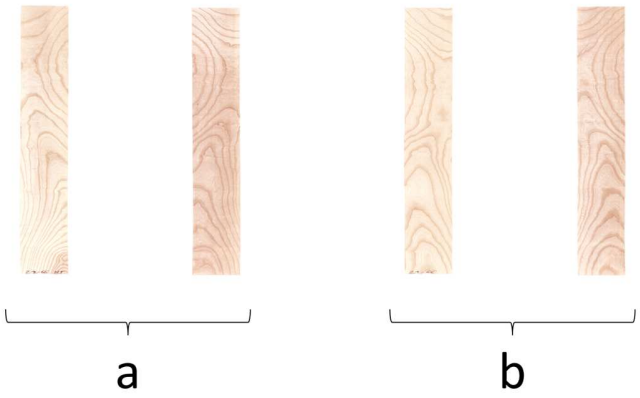


Figure 57 : Images des faces de deux planches jumelles sans défaut

La Figure 56 présente l'apparition d'un même nœud sur les deux planches a et b. En revanche, la différence de nodosité calculée par le scanner densitométrique est de plus de 60%. Cette différence peut être expliquée par des singularités présentes en bout de planche. Par leur position, ces singularités ne jouent pas de rôle prépondérant sur la résistance en flexion qui sollicite davantage la partie centrale de la planche ; elles ne sont donc pas prises en compte dans l'examen visuel. La Figure 57 présente les faces de deux

planches supposées jumelles et sans défaut. La différence de nodosité calculée entre ces deux planches est de plus de 90% alors que leurs densités mesurées par pesées ne varient que de 7%.

Le critère densitométrique obtenu avec le scanner est donc écarté et remplacé par un critère visuel pour lequel les nœuds sont numérisés manuellement et dont l'aire est ensuite calculée automatiquement. Sur un total de soixante couples de planches, après élimination des couples pour lesquelles la différence de surface de nœuds est supérieure à 50%, il reste un total de vingt-deux planches de frêne chauffées entre 170 et 228 °C. Le seuil d'une différence de 50% est choisi de façon à ce que le filtre appliqué ici conduise à une sélection proche de celle effectuée visuellement. Ce tri élimine un grand nombre de couples sensés être composés de planches jumelles. L'examen visuel des sciages montre effectivement des différences de nodosité entre ces planches pourtant issues de la refente d'un sciage de plus grande épaisseur. Ces différences peuvent être expliquées par un rabotage excessif des planches après la refente des sciages de 90 mm d'épaisseur. Avec une épaisseur finale de 29 mm, il est probable que près de l'équivalent d'une planche puisse séparer un couple de planches.

Les mesures effectuées sur ces planches sont données en annexe dans les tableaux 24, 25 et 26. Les variations de résistances ΔMOR observées pour une même température mettent en évidence certains écarts qui peuvent être dus à la fois à des réactions différentes des planches avec le traitement, et à des écarts introduits par des couples qui auraient déjà des comportements mécaniques différents avant le traitement.

L'équation 4.2 est appliquée en ajustant les coefficients sur les mesures effectuées avec ces vingt-et-une planches. La relation obtenue est alors illustré sur la Figure 58.

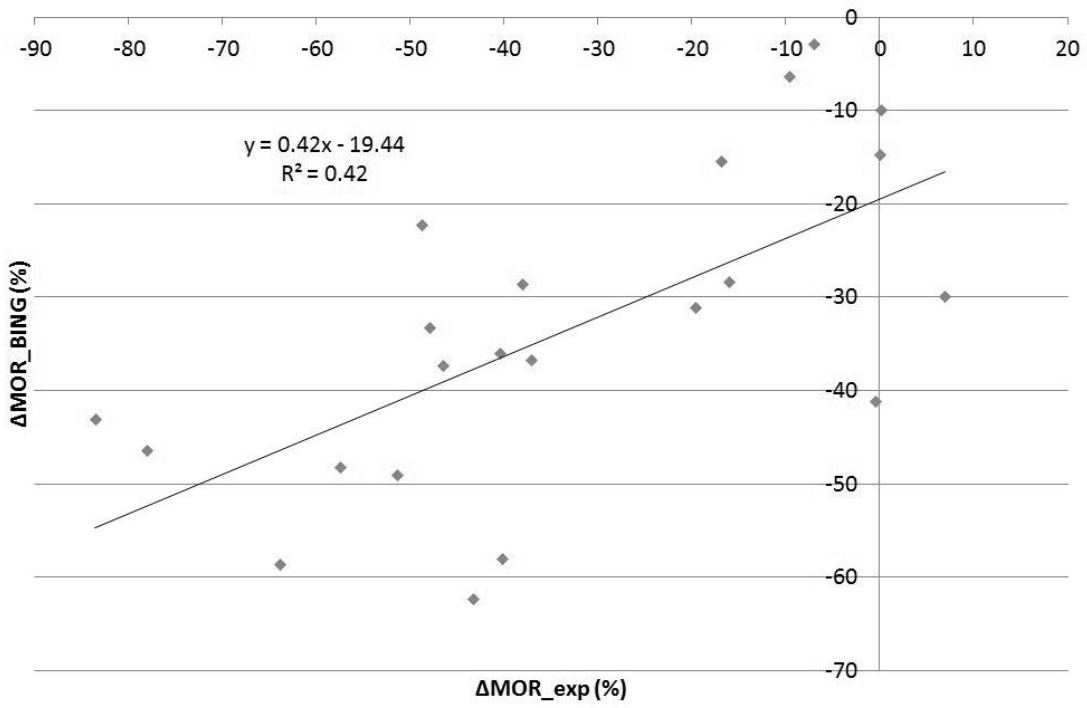


Figure 58 : Corrélation entre la variation de module de rupture estimée par l'analyse vibratoire et la variation de module de rupture obtenu en flexion d'éprouvettes de grandes dimensions de frêne chauffé

Cette figure montre que l'estimation du module de rupture sur de grandes planches est moins bonne. Le modèle linéaire applicable sur des éprouvettes sans défaut n'est pas valable sur l'échantillon de planches de frêne testées.

D'autres informations sont nécessaires pour estimer les variations de modules de rupture. Parmi celles disponibles avec la même mesure vibratoire, la variation de l'amortissement temporelle Δa du signal est un indicateur qui, une fois pris en compte, améliore peu cette estimation. Le coefficient de détermination entre le modèle de l'équation 4.3 et les mesures destructives est alors de 0.45 comme l'illustre la Figure 59.

$$\Delta MOR_{BING} = \beta_\rho \Delta\rho + \beta_{MOE} \Delta MOE + \beta_G \Delta G + \beta_a \Delta a + C_2 \qquad (4.3)$$

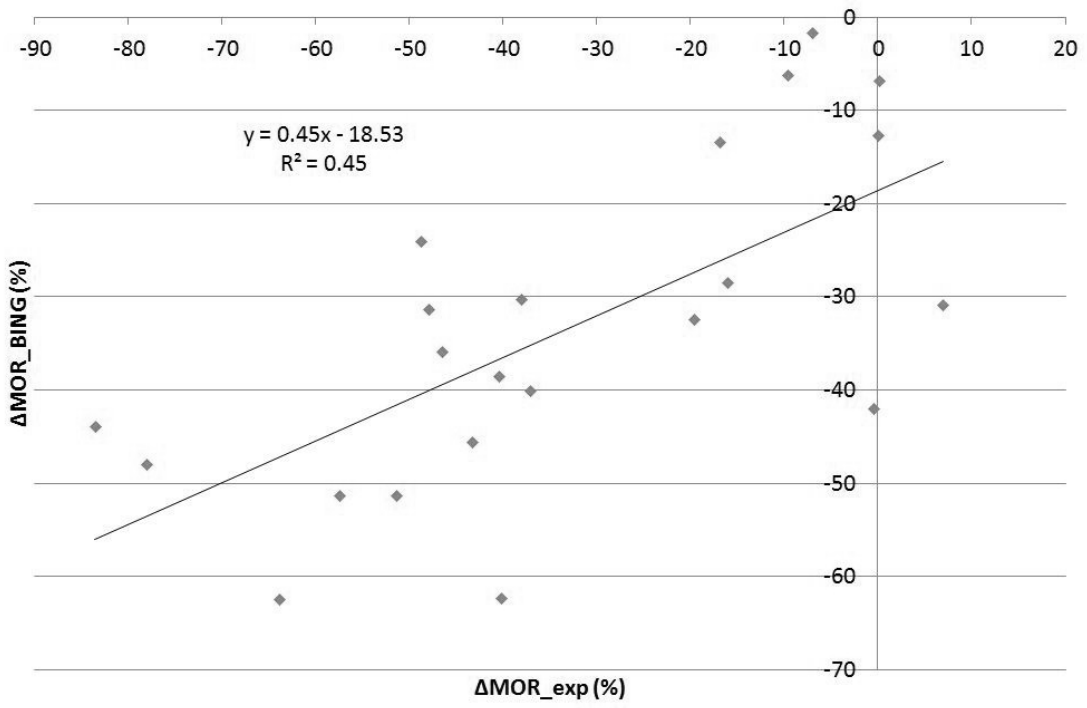


Figure 59 : Corrélation entre la variation de module de rupture estimée par l'analyse vibratoire avec la prise en compte de l'amortissement du signal et la variation de module de rupture obtenu en flexion d'éprouvettes de grandes dimensions de frêne chauffé

L'amélioration du coefficient de détermination est due à une planche en particulier pour laquelle la différence entre les deux estimations est de 17%. L'information de l'amortissement du signal, ne perturbe pas les estimations des autres planches pour lesquelles la nouvelle estimation est à 5% prêt la même que la précédente.

L'amortissement du signal permet donc dans une certaine mesure d'améliorer l'estimation de variation de résistance, mais ce dernier résultat montre également les limites d'un modèle établi à partir d'un faible effectif, dans lequel une seule planche joue un rôle important sur la corrélation obtenue.

4.1.2 Estimation de la perte de masse

L'estimation de la perte de masse anhydre due au traitement thermique permet la prédiction de la durabilité des bois chauffés ; elle est proportionnelle à la résistance aux champignons basidiomycètes pour de nombreuses essences, et aucune dégradation n'est observée à partir d'une perte de masse de 15% [Chaouch et~al., 2010].

De la même façon que pour le module de rupture, des relations linéaires sont recherchées à partir de l'analyse vibratoire pour estimer la perte de masse ML_{BING}. Cette estimation de l'influence du traitement se fait donc en fonction de pesées et

analyses vibratoires avant et après traitement afin de déterminer les variations de perte de masse $\Delta\rho$, de module élastique ΔMOE et de module de cisaillement ΔG. Il est supposé ensuite que :

$$ML_{BING} = \lambda_\rho \Delta\rho + \lambda_{MOE}\Delta MOE + \lambda_G \Delta G + C_3 \quad (4.4)$$

Les valeurs des différents coefficients de cette régression sont en annexe dans le Tableau 27.

La Figure 60 montre que la perte de masse des planches de frêne peut être estimée par analyse vibratoire.

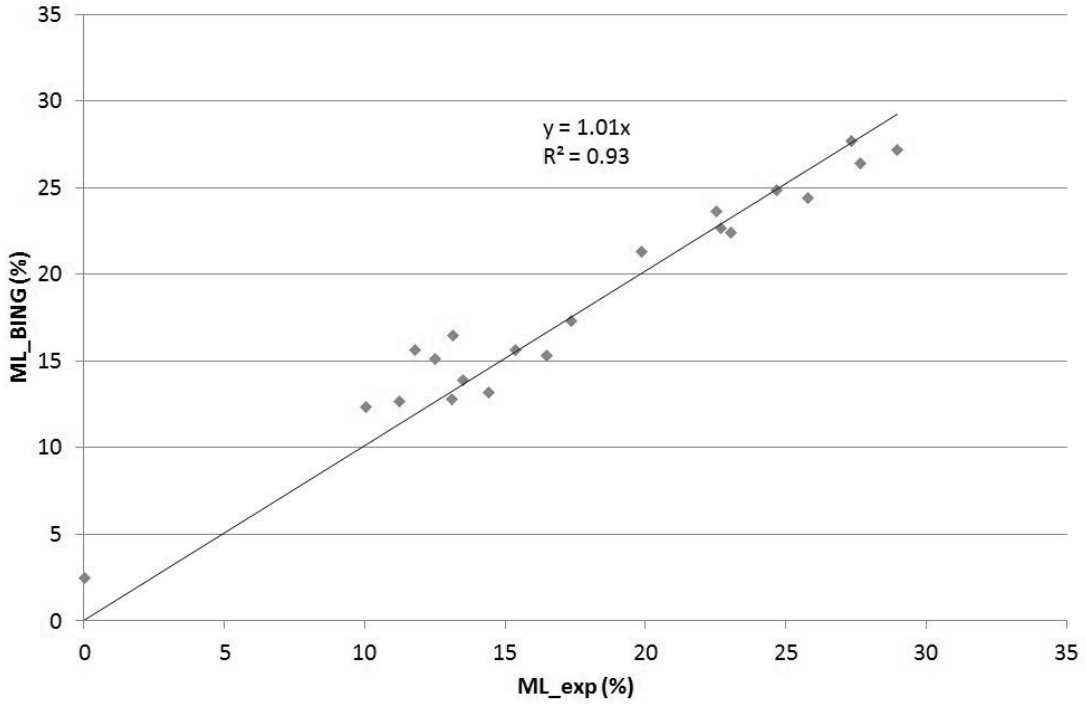


Figure 60 : Corrélation entre la perte de masse estimée par l'analyse vibratoire et perte de masse mesurée sur des éprouvettes de grandes dimensions de frêne chauffé entre 170 et 228 °C

Les valeurs de pertes de masse se situent entre 15 et 30%, ce qui est relativement élevé par rapport aux valeurs courantes de la littérature. D'après les travaux de Chaouch, de telles valeurs de pertes de masse correspondraient à des bois presque imputrescibles [Chaouch et~al., 2010]. Les mesures effectuées ici surestiment donc très probablement la perte de masse réelle ; la mesure de l'humidité réelle de la planche est encore une fois remise en cause, soit par une estimation trop haute de l'humidité après traitement, soit par une sous-estimation de l'humidité avant traitement.

Les coefficients de détermination des variations de masses volumiques et des modules élastiques avec les pertes de masse mesurées, sont respectivement de 0.78 et 0.65. Avec un coefficient de détermination de 0.09 avec la perte de masse, le module de cisaillement a une influence plus faible sur le modèle.

Les estimations de la variation du module de rupture et de la perte de masse par l'analyse vibratoire sont surtout permises grâce aux variations de masses volumiques et de modules élastiques ; l'impact de la variation du module de cisaillement étant moins important, il peut être envisagé de ne pas considérer ce paramètre. L'analyse vibratoire peut donc être faite en compression plutôt qu'en flexion pour prédire la durabilité du frêne chauffé. Cette conclusion doit être vérifiée sur d'autres essences pour rendre attractif son utilisation en industrie. Un modèle doit donc être recherché pour estimer la résistance en flexion de planches chauffées pour permettre d'une même mesure de caractériser la durabilité et les performances mécaniques des bois chauffés, ce qui justifie le travail présenté en 4.5.

4.2 Analyse de la composition élémentaire

4.2.1 Estimation de la résistance en flexion

L'analyse de la composition élémentaire a déjà été mise en évidence comme un marqueur de l'intensité de traitement, c'est-à-dire de la perte de masse [Chaouch et~al., 2010]. En plus d'apprécier ce résultat sur un échantillon traité chez un industriel, cette campagne d'essais a pour objectif de vérifier si le marqueur O/C (rapports des quantités atomiques d'oxygène et de carbone) peut également être un indicateur pour la résistance mécanique des bois chauffés.

L'analyse est toujours effectuée sur les éprouvettes de frêne traitées entre 170 et 228 °C. Une petite fraction de bois est prélevée sur chaque planche pour être analysée au LERMAB.

Avec un très faible coefficient de détermination (R^2=0.0), la Figure 61 montre que la relation cherchée entre les valeurs O/C de l'analyse élémentaire et les valeurs de résistances en flexion n'existe pas. L'hypothèse faite pour justifier les écarts entre ces deux mesures est que l'analyse élémentaire ne rend compte que de la composition des parois des cellules du bois, mais ne permet pas d'apprécier la présence de singularités microscopiques ou macroscopiques dans les planches, alors que ces défauts ont un impact important sur la résistance mécanique des sciages.

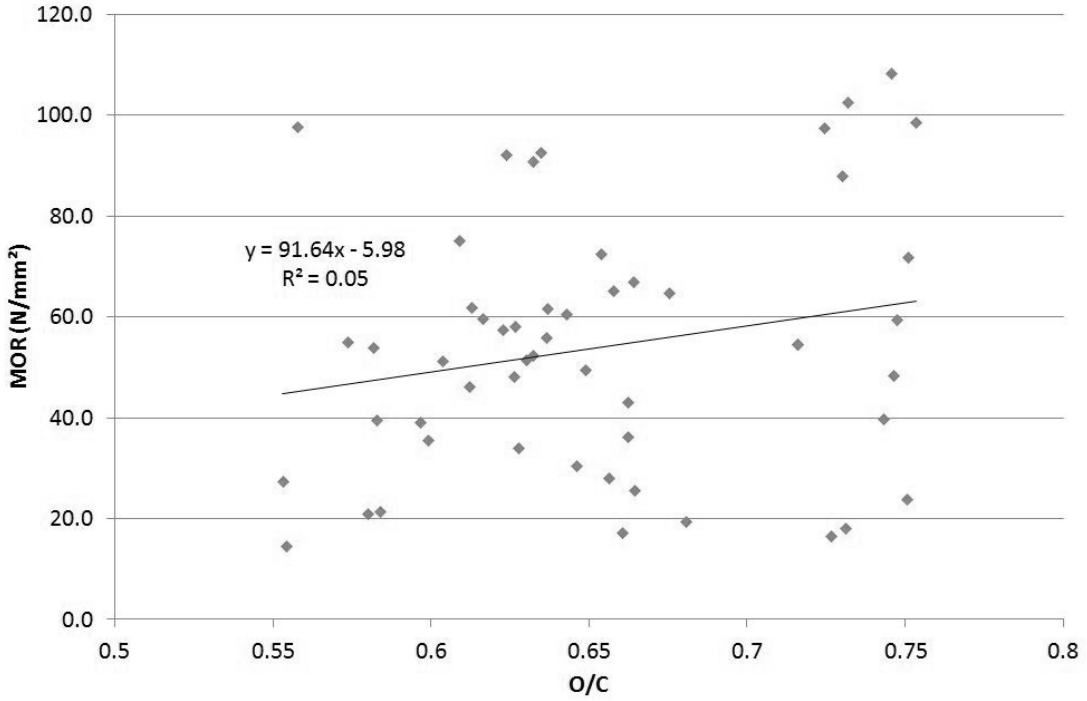


Figure 61 : Relation entre la contrainte à la rupture en flexion et le rapport des quantités d'oxygène et de carbone de planches de frêne chauffées

4.2.2 Estimation de la perte de masse

Malgré l'absence de relation entre la composition élémentaire et la résistance mécanique, il demeure de l'intérêt général de s'assurer que les relations mises en évidence à l'échelle de fours pilotes de laboratoire sont aussi valable sur des éprouvettes de grandes dimensions chauffées dans un contexte industriel. Ce paragraphe vérifie donc que la composition élémentaire est un indicateur estimant la perte de masse due au traitement, donc la durabilité [Chaouch et~al., 2010].

La Figure 62 confirme cette hypothèse et montre que la perte de masse peut être mesurée via une analyse élémentaire des composants chimiques du bois chauffé.

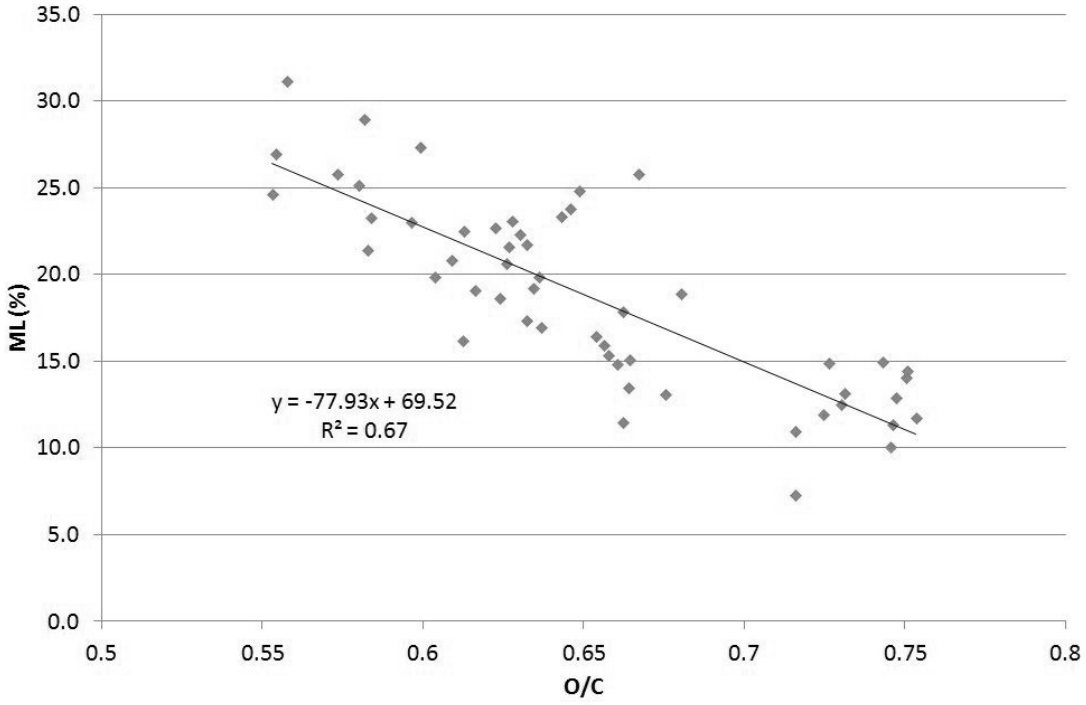


Figure 62 : Corrélation entre la perte de masse et le rapport O/C de planches de frêne chauffées

4.3 Intensité de traitement

4.3.1 Estimation de la résistance en flexion

Les deux précédentes caractérisations mettent en œuvre des mesures ponctuelles, et ne permettent pas encore d'estimer avec précision la contrainte à la rupture sur chaque planche. Ce paragraphe présente une approche pour un indicateur global rendant compte de l'influence du traitement considérant plus le procédé que le matériau. L'intensité de traitement est ici caractérisée par l'aire sous la courbe de traitement, c'est-à-dire le produit de la température par le temps de traitement. Cette aire est calculée d'après l'équation 4.5, où t_i et t_f sont les temps auxquels est atteint un seuil de température choisi, respectivement pendant la montée en température et le refroidissement. La Figure 63 illustre le calcul de l'aire avec la courbe de traitement thermique.

$$Aire = \int_{t_i}^{t_f} T(t)dt \tag{4.5}$$

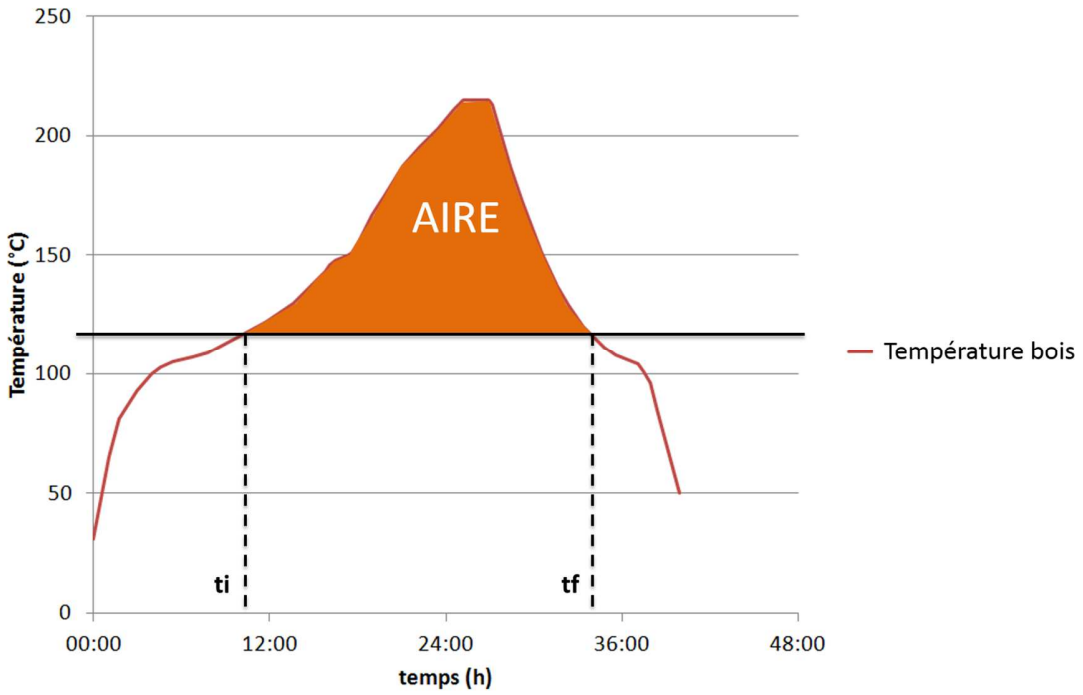


Figure 63 : Illustration de la surface utilisée comme indicateur

Cette donnée a l'avantage d'être connue par les pilotes de four et peut même être calculée de manière dynamique pendant la cuisson du bois. Deux seuils sont choisis pour calculer deux aires différentes : 100 et 140 °C, et définissent les aires A_{100} et A_{140} comme indicateurs. Le seuil de 100 °C correspond à une température basse après laquelle a encore lieu l'étape de séchage, et celui de 140 °C est considéré comme une température à laquelle le bois est sec et n'a pas encore subi de réaction de dégradation thermique importante.

La Figure 64 montre que l'information globale de l'aire sous la courbe est bien corrélée avec la résistance en flexion du lot complet des planches de frêne traitées thermiquement.

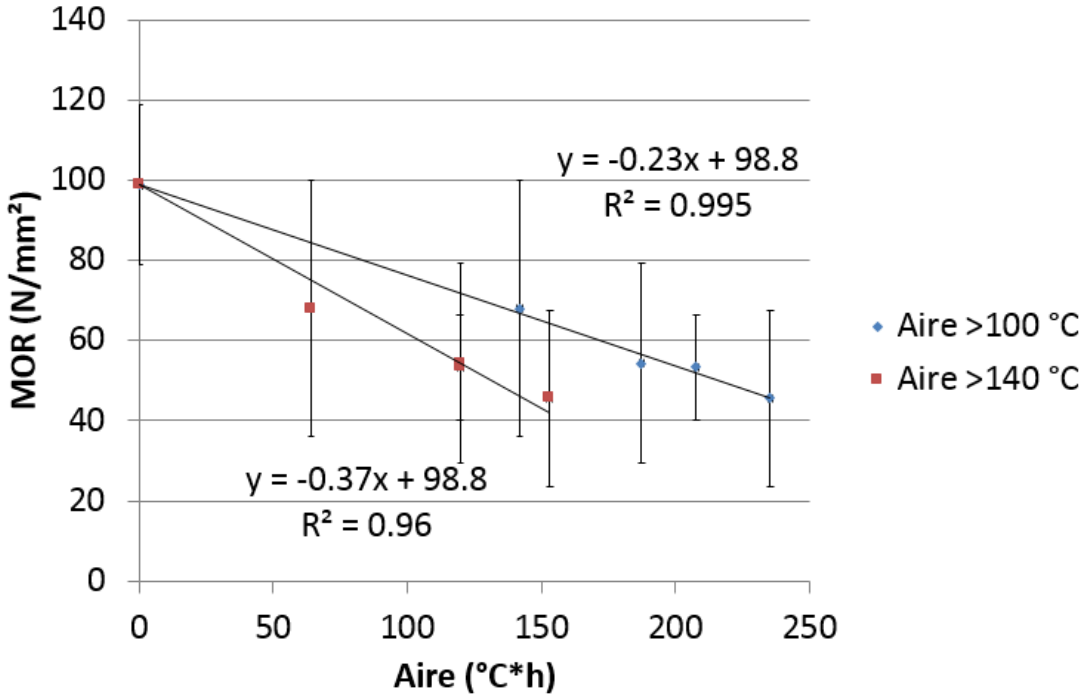


Figure 64 : Corrélation entre la résistance en flexion MOR et l'aire sous la courbe du traitement thermique de planches de frêne

Afin d'être plus proche des valeurs caractéristiques de résistance, il est préférable de chercher une corrélation, non pas avec les valeurs moyennes, mais avec les fractiles à 5%. Dans la mesure où la distribution des valeurs de contraintes à la rupture des différentes planches n'est pas affectée par le traitement thermique, la relation est conservée. Ici, la distribution de l'échantillon chauffé à 215 °C est plus faible que celles des autres échantillons, ce qui réduit le coefficient de détermination R^2 entre l'aire sous la courbe de traitement et le fractile à 5%. Une campagne mettant en jeu un nombre d'éprouvettes plus important pourrait permettre de conserver un coefficient de détermination élevé avec les fractiles aussi bien qu'avec les moyennes.

L'estimation de la contrainte à la rupture à plus de 90%, comme c'est ici le cas, est rarement déterminée avec la même précision avec des moyens de prédiction des propriétés mécanique actuels sur des lots de bois massif non traités. Toutefois il s'agit ici de l'estimation d'une valeur moyenne, et non pas sur des planches individuelles.

4.3.2 Estimation de la perte de masse

La Figure 65 montre les corrélations entre les pertes de masse et les aires sous les courbes de traitement. Pour une même cuisson, la perte de masse a une dispersion de plus de 5% sur la mesure. C'est une erreur importante devant les valeurs moyennes de 10

à 20%, mais les intensités de traitement sont assez différentes d'une température à l'autre pour que les dispersions des pertes de masses ne se recouvrent pas totalement entre elles. Le paragraphe 4.4 s'attachera cependant à étudier la question de l'homogénéité de traitement dans le four.

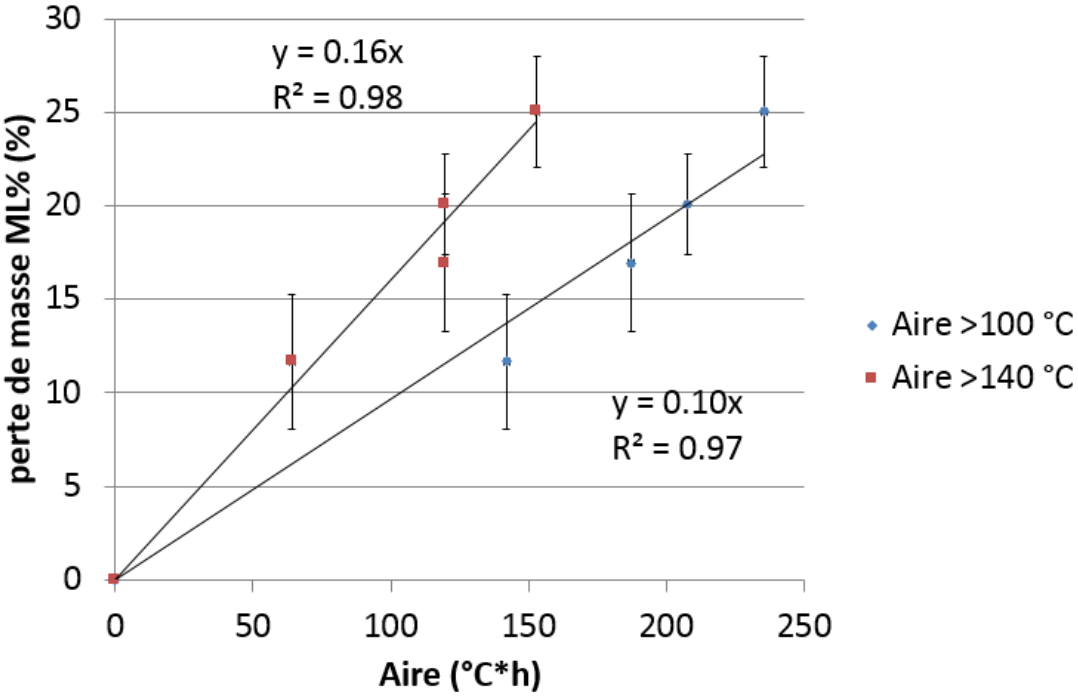


Figure 65 : Corrélation entre la perte de masse ML et l'aire sous la courbe du traitement thermique de planches de frêne

En considérant que l'énergie thermique q apportée au bois pendant le traitement thermique est proportionnelle à la variation de température ΔT telle que $q = c\Delta T$ où c est la capacité thermique du matériau, l'aire sous la courbe est représentative de cette énergie puisque la capacité thermique du bois ne varie pas de manière significative dans l'intervalle de température considéré[17].

Cette approche donne autant de poids au facteur temps qu'au facteur température : l'intensité de traitement est donc d'autant plus forte que la vitesse de montée en température est lente. Cette conclusion est en accord avec les travaux de Chaouch qui montre avec l'essence de peuplier que la vitesse de dégradation est plus importante quand la vitesse de montée en température est élevée : l'atteinte d'une température de 230 °C se solde par des pertes de masses dues au traitement de moins de

[17] D'après Kollmann, la capacité thermique du bois c_b évolue avec la température T telle que $c_b = 0.266 + 0.00116T$ [Kollmann and Côté, 1968].

2% et de plus de 6% pour des vitesses de 2 et 0.25 °C/min respectivement [Chaouch, 2011].

4.4 Homogénéité du traitement thermique

Les paragraphes 4.1, 4.2, et 4.3 montrent que si la perte de masse peut être estimée à partir d'une information globale comme à partir d'informations individuelles, la contrainte à la rupture en flexion est une propriété qu'il est plus difficile d'estimer planche par planche. Des bonnes corrélations ont été trouvées entre les valeurs moyennes et l'aire sous la courbe, mais l'importante dispersion des résultats empêche le classement mécanique après traitement. La question se posant ici est de savoir si cette dispersion est due aux mêmes planches avant et après traitement, c'est-à-dire si l'influence du traitement est la même dans tout le four, et si les planches les moins résistantes le restent après traitement. Dans le cas d'un traitement homogène, une ou plusieurs informations globales permettent alors de caractériser les bois après traitement, à condition de connaître leurs propriétés avant traitement. Si l'homogénéité du traitement dans le four n'est pas confirmée, une analyse planche par planche est nécessaire à la sortie du four.

Dans un premier temps, 48 éprouvettes sont réparties aléatoirement dans un four (voir paragraphe 2.3). Les pertes de masses de ces éprouvettes sont mesurées, et la répartition des valeurs est illustrée sur la Figure 66. Cette distribution montre statistiquement qu'avec un niveau de confiance de 90%, la perte de masse moyenne est estimée avec une erreur de moins de 1%.

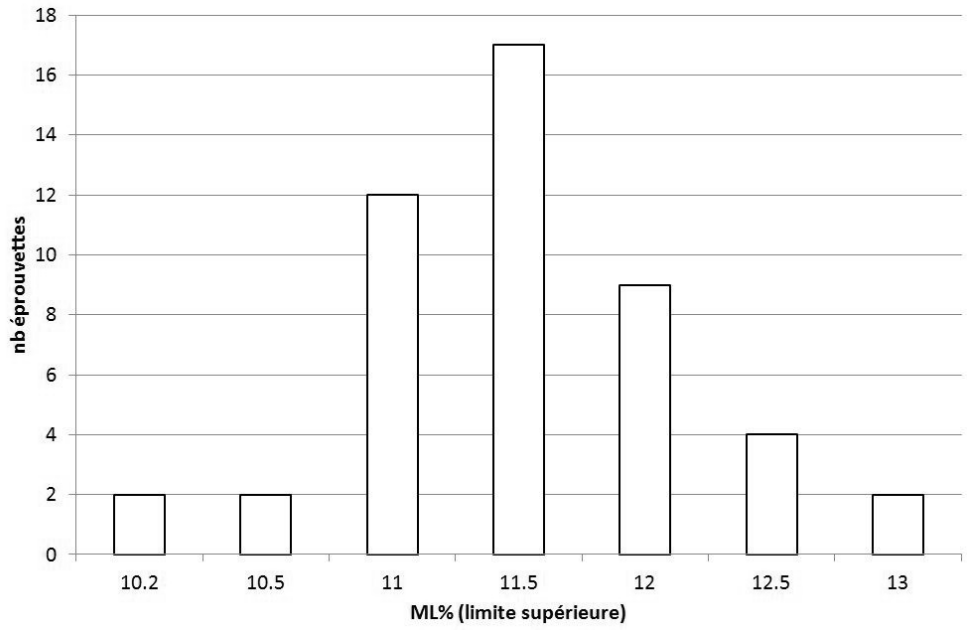


Figure 66 : Distribution des pertes de masse de 48 éprouvettes réparties aléatoirement dans un four de traitement thermique

Pour préciser cette approche, l'influence de la position dans le four et de la masse volumique du bois sont étudiées. Vingt quatre sommets de palettes sont sélectionnés de manière semi-aléatoire, de telle sorte que le four entier puisse être observé.

Le Tableau 20 présente les moyennes en fonction des positions dans le four. Les valeurs entre parenthèses correspondent aux pertes de masses de l'échantillon le plus dense.

Tableau 20 : Pertes de masses moyennes (en %) en fonction de la position dans le four

	Étage	Côté	Pile
1	8.5 (7.8)	9.7 (8.7)	9.9 (8.8)
2	10.4 (9.3)	9.9 (8.9)	10.5 (9.3)
3	10.2 (8.9)	10.6 (9.2)	9.6 (8.6)
4			9.6 (8.6)

Les pertes de masses de l'échantillon le plus dense sont ici systématiquement plus faibles que celles de l'échantillon plus léger.

En revanche, lorsque deux autres planches sont coupées en petites éprouvettes, placées toutes à un même endroit dans le même four, la conclusion s'inverse : la planche de masse volumique plus élevée perd davantage de masse que la planche moins dense. Ce résultat est illustré sur le Figure 67.

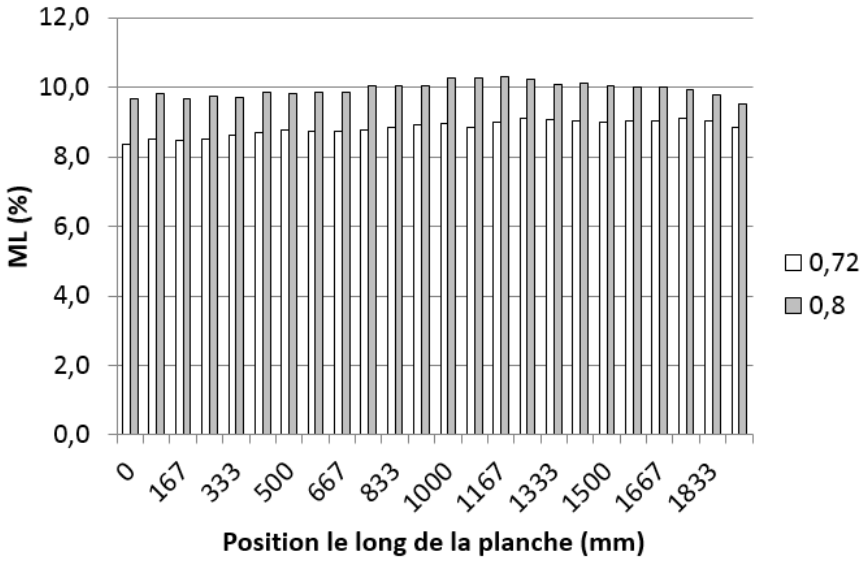


Figure 67 : Pertes de masses des couples d'éprouvettes placées au même endroit dans le four pour des masses volumiques de 0.72 et 0.80 g/cm3

Ces deux résultats successifs montrent que chaque planche se comporte différemment face au traitement thermique, et que la densité avant traitement n'a ici pas d'influence sur la perte de masse. Les différences de cinétiques s'expliquent donc probablement par des différences en termes de composition chimique. Sundqvist observe déjà un lien entre la formation d'acide pendant le traitement du bouleau et sa perte de masse [Sundqvist et~al., 2006]. L'acide agissant comme un catalyseur des réactions de dégradation des biopolymères, il serait intéressant à ce niveau de déterminer les quantités d'acide acétique avant traitement de différentes planches de frêne, et d'observer une corrélation entre l'intensité du traitement et cette quantité d'acide.

En moyenne, le point le plus froid est le point de coordonnées (1,1,4) dans le repère (étage, côté, pile) déjà présenté sur la Figure 18. Ce point correspond à un point bas situé sur un côté à l'opposé de la batterie de chauffe. Le point moyen le plus chaud est lui situé en (2,3,2), ce qui correspond à un point situé sur le côté opposé au point froid, à mi-hauteur du four. Il est probable que ce gradient mis en évidence soit dû principalement à une ventilation non optimisée.

Finalement, en estimant la perte de masse la plus faible, par exemple en plaçant des éprouvettes différentes au point le plus froid du four, la durabilité pourrait être garantie pour le four complet. Cette méthode permettrait de prendre en compte l'effet de la position en choisissant le point le plus froid, et l'effet du bois en choisissant des éprouvettes issues de différentes planches.

Une analyse de la variance montre que les positions selon le côté et la pile ne sont pas significatives. La position selon la hauteur (étage) est significative et les éprouvettes

placées en haut du four subissent une dégradation plus importante que celles du bas du four. Cependant, les écarts observés entre 10 et 13% ou entre 8 et 10 % restent relativement faibles devant le volume de traitement de 20 m^3. Ces résultats relatifs à l'homogénéité de traitement viennent appuyer le choix de la technologie Thermowood par Bois Durables de Bourgogne comme procédé de traitement thermique à une échelle industrielle.

4.5 Utilisation de plusieurs indicateurs

4.5.1 Estimation de la résistance en flexion

L'information globale de l'aire sous la courbe est bien corrélée avec la perte de masse et la contrainte à la rupture en flexion, mais la dispersion des résultats autour des valeurs moyennes est importante, en particulier pour la résistance en flexion.

Le classement mécanique d'un lot de sciages s'effectue d'après les caractéristiques individuelles des éprouvettes qui composent le lot. Le paragraphe 4.4 montre que l'intensité de traitement perçue est due autant à la position dans le four qu'au bois. La combinaison de l'indicateur de l'aire sous la courbe et d'indicateurs individuels supplémentaires permettrait un classement mécanique avec un modèle plus précis.

L'analyse effectuée ici utilise comme matériel les mêmes planches qui ont été sélectionnées au paragraphe 4.1.1.

Les coefficients de détermination entre chaque mesure non destructive et la variation du module de rupture permettent de classer les indicateurs par ordre d'importance. Ce classement est illustré sur la Figure 68. Les mesures étant réalisées avant et après traitement, les mesures après traitement seules sont retenues ainsi que les variations de mesures dues au traitement.

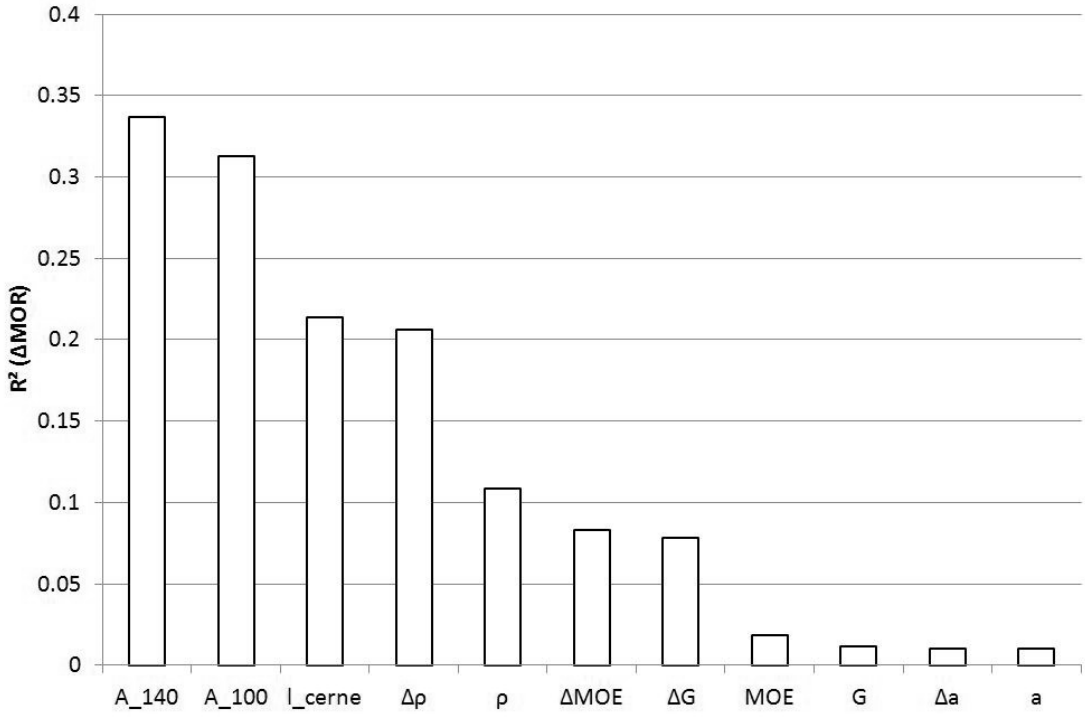


Figure 68 : Coefficients de détermination entre les indicateurs non destructifs et la variation de module de rupture en flexion

Cette figure confirme que pour l'utilisation d'un seul indicateur, l'aire sous la courbe est l'information la plus pertinente pour l'estimation de la variation de la contrainte à la rupture. La variation de module élastique ΔMOE qui était le paramètre le plus important à l'échelle de petites éprouvettes sans défaut devient ici mineur par rapport aux informations de masses volumiques ρ et $\Delta\rho$. La position de la variation de module de cisaillement ΔG vient appuyer le choix des paramètres considérés dans l'équation 4.2, les valeurs absolues avant traitement MOE, G et a tant d'une importance moindre.

La considération des intensités de traitement suivies avec l'aire sous la courbe A_{140} et A_{100}, les informations de pesées, et l'analyse vibratoire avant et après traitement permettent d'estimer la variation de module de rupture ΔMOR_{10} à partir de 10 indicateurs telle que :

$$\Delta MOR_{10} = \Lambda_{A_{140}} A_{140} + \Lambda_{A_{100}} A_{100} + \Lambda_{\Delta\rho}\Delta\rho + \Lambda_{\rho}\rho + \Lambda_{\Delta MOE}\Delta MOE + \Lambda_{\Delta G}\Delta G + \Lambda_{MOE} MOE + \Lambda_{G}\Delta G + \Lambda_{\Delta a}\Delta a + \Lambda_{a} a \quad (4.6)$$

La Figure 69 montre la relation qui existe entre cette régression entre les mesures non destructives des indicateurs et les mesures de la résistance en flexion.

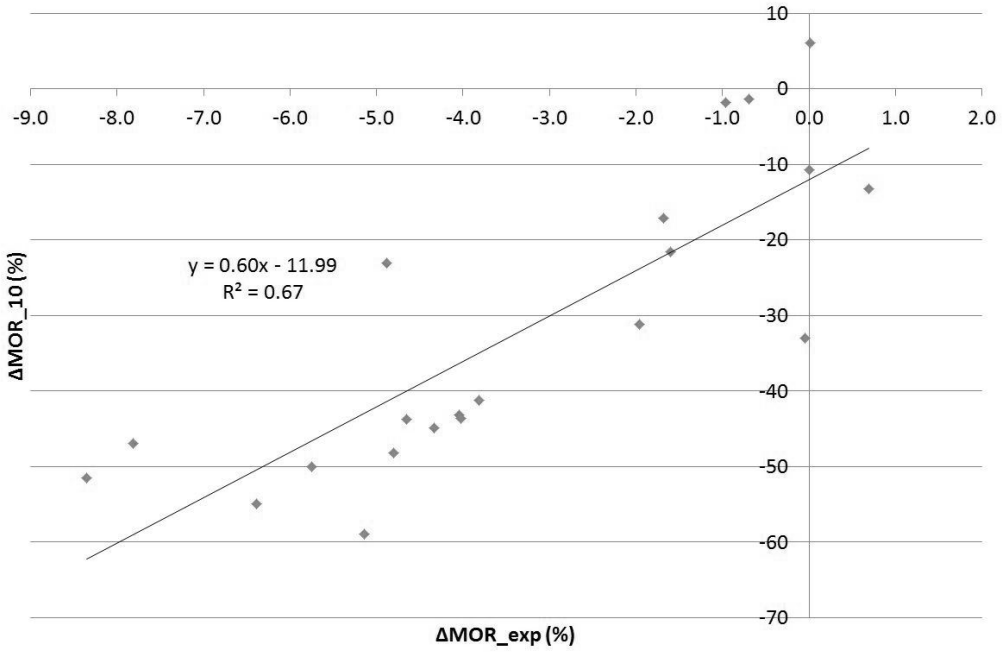


Figure 69 : Corrélation entre la variation de module de rupture estimée par les indicateurs d'aire sous la courbe, de pesée, et d'analyse vibratoire et la variation du module de rupture obtenu en flexion d'éprouvettes de grandes dimensions de frêne chauffé

La corrélation entre le modèle et les mesures destructives étant bonne avec un R^2 de près de 0.7, il est intéressant de chercher à diminuer le nombre de paramètres dont dépend le modèle, non seulement pour renforcer sa robustesse, mais également pour limiter le nombre de manipulations en industrie.

Les indicateurs globaux d'aires sous la courbe sont conservés puisque ce sont des indicateurs puissants qui ne nécessitent aucune manipulation de la part d'un opérateur. En plus de celles-ci, seules sont conservées les opérations de pesées avant et après traitement pour obtenir les informations de ρ et $\Delta\rho$. La nouvelle régression ΔMOR_4 est calculée telle que :

$$\Delta MOR_4 = \Gamma_{A_{140}} A_{140} + \Gamma_{A_{100}} A_{100} + \Gamma_{\Delta\rho} \Delta\rho + \Gamma_{\rho} \rho \quad (4.7)$$

La Figure 70 montre que quatre indicateurs suffisent pour garder une corrélation proche de celle obtenue précédemment avec dix indicateurs.

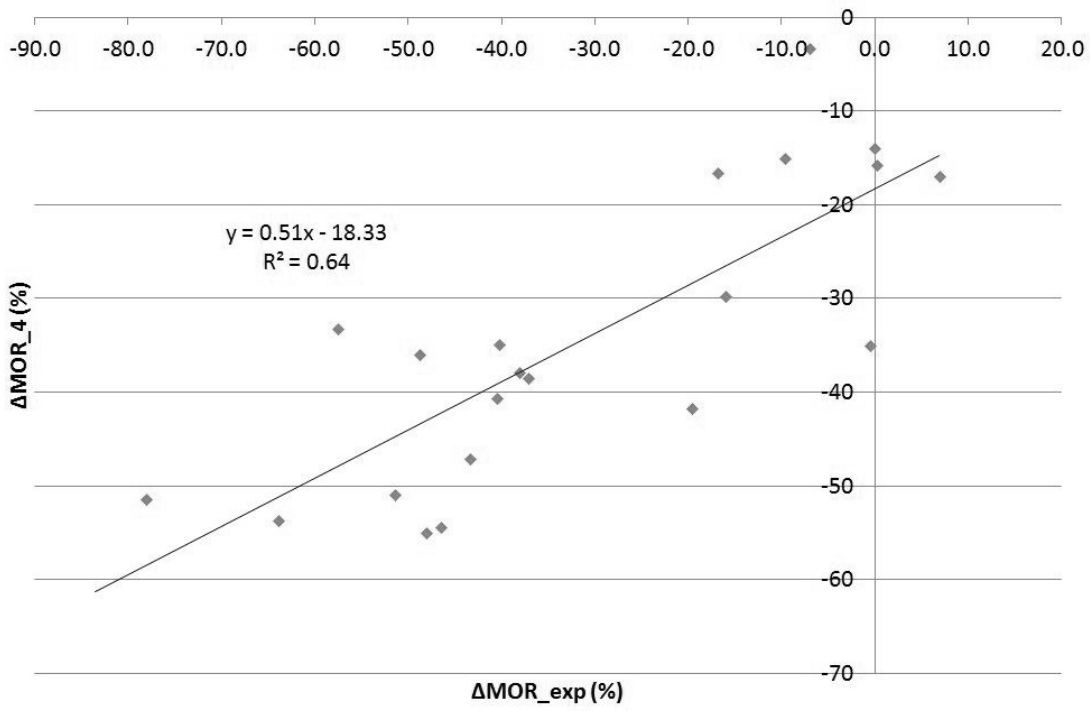


Figure 70 : Corrélation entre la variation de module de rupture estimée par les indicateurs d'aire sous la courbe, et de pesée, et la variation du module de rupture obtenu en flexion d'éprouvettes de grandes dimensions de frêne chauffé

Sur les deux aires A_{100} et A_{140}, une seule peut être conservée car ce sont des informations très proches puisque A_{140} est compris dans A_{100}. La Figure 68 montre que l'aire A_{140} est un meilleur indicateur pour estimer la variation ΔMOR. C'est en effet celui qui rend mieux compte de la phase pendant laquelle les biopolymères sont modifiés. En effectuant la régression seulement avec cet indicateur et les informations de pesées ρ et $\Delta\rho$, le coefficient de détermination R^2 résultant est de 0.64, réduisant à trois le nombre d'indicateurs nécessaires pour estimer les variations des modules de rupture en flexion.

Dans le cas où le bois ne serait pas classé mécaniquement avant le traitement thermique, il est intéressant d'effectuer la même analyse pour l'estimation directe de la contrainte à la rupture en flexion, et non de sa variation. La Figure 71 classe les indicateurs de plus au moins important selon leur corrélation avec la résistance en flexion. L'analyse est toujours effectuée sur le même lot de vingt-et-une planches.

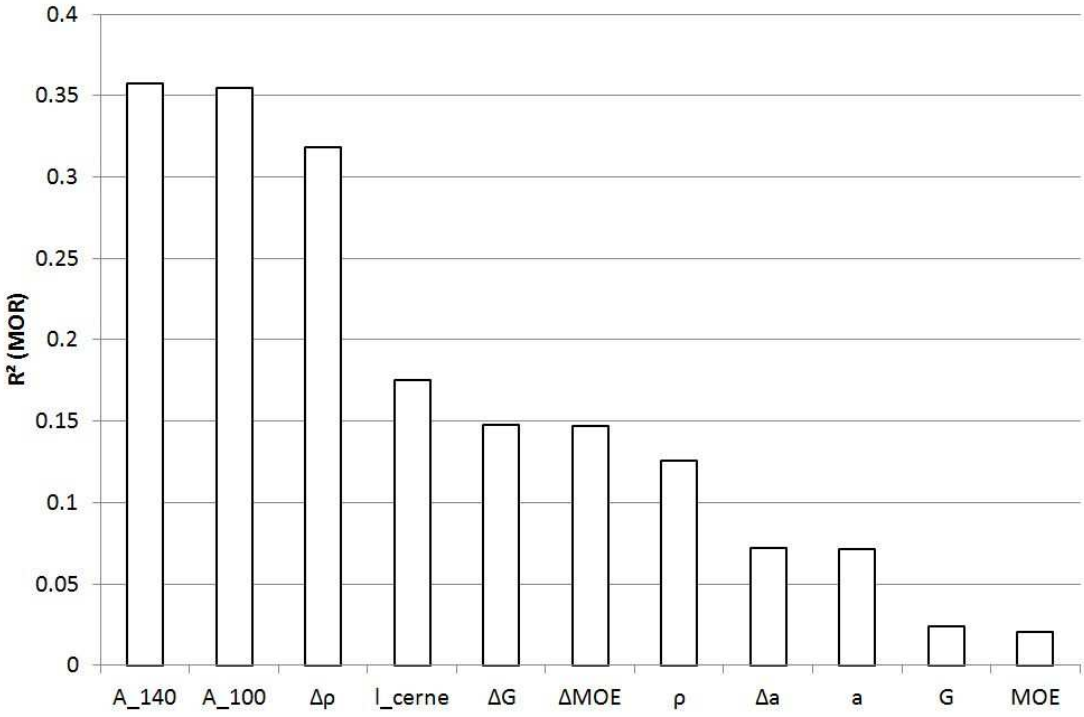


Figure 71 : Coefficients de détermination entre les indicateurs non destructifs et le module de rupture en flexion

Ici encore, l'indicateur le plus important est celui de l'aire sous la courbe, représentant l'intensité de traitement. Les premiers indicateurs ont de meilleures corrélations individuelles que celles obtenues avec la variation de module de rupture ΔMOR.

Les indicateurs d'abord pris en considération sont donc ceux de l'aire sous la courbe, et ceux de pesées ρ et $\Delta\rho$, afin de déterminer directement le module de rupture MOR_4 obtenu avec 4 indicateurs tel que le défini l'équation 4.8.

$$MOR_4 = \mu_{A_{140}} A_{140} + \mu_{A_{100}} A_{100} + \mu_\rho \rho + \mu_{\Delta\rho} \Delta\rho 0 \qquad (4.8)$$

Le relation obtenue est alors illustrée sur la Figure 72.

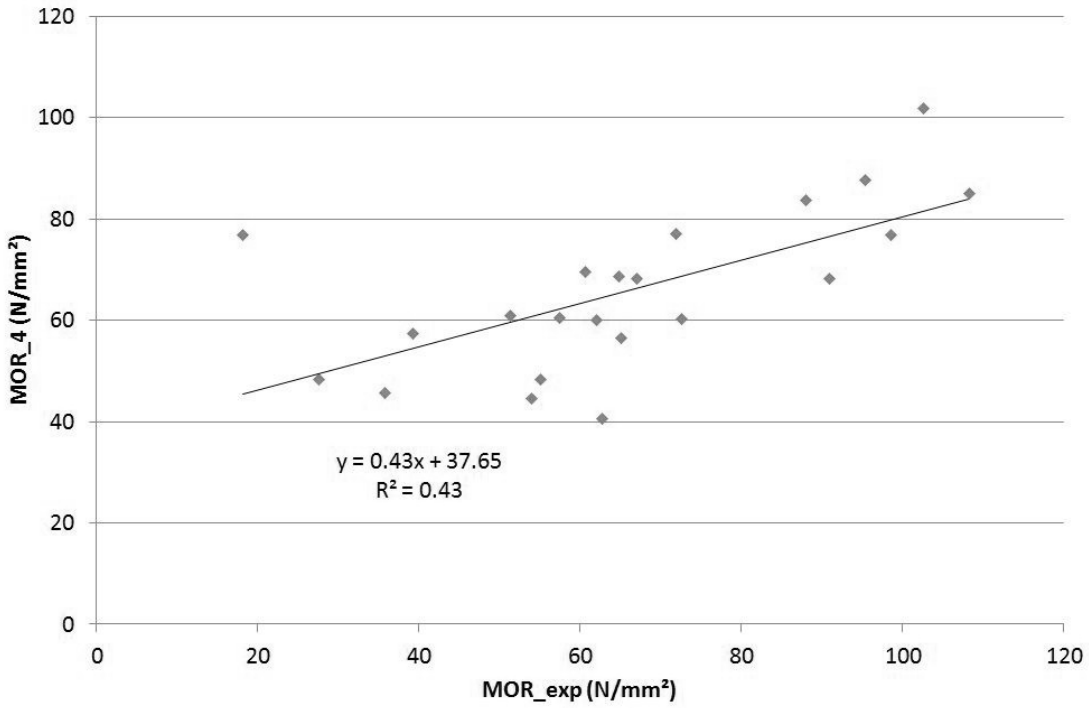


Figure 72 : Relation entre la contrainte à la rupture mesurer de manière destructive MOR_exp et la contrainte à la rupture estimée de manière non destructive avec 4 indicateurs MOR_4

Le coefficient de détermination R^2 est moins important que celui obtenu avec les mêmes indicateurs pour estimer la variation du module de rupture ΔMOR à cause d'une importance moindre de la masse volumique dans le modèle. Pour espérer estimer le module de rupture MOR avec plus de précision, d'autres indicateurs sont nécessaires. Ici sont rajoutés ceux des variations de module élastique ΔMOE et de module de cisaillement ΔG, de telle sorte que le module de rupture estimé MOR_6 est décrit avec 6 indicateurs par l'équation 4.9.

$$MOR_6 = \kappa_{A_{140}} A_{140} + \kappa_{A_{100}} A_{100} + \kappa_\rho \rho + \kappa_{\Delta\rho} \Delta\rho + \kappa_{\Delta MOE} \Delta MOE + \kappa_{\Delta G} \Delta G \qquad (4.9)$$

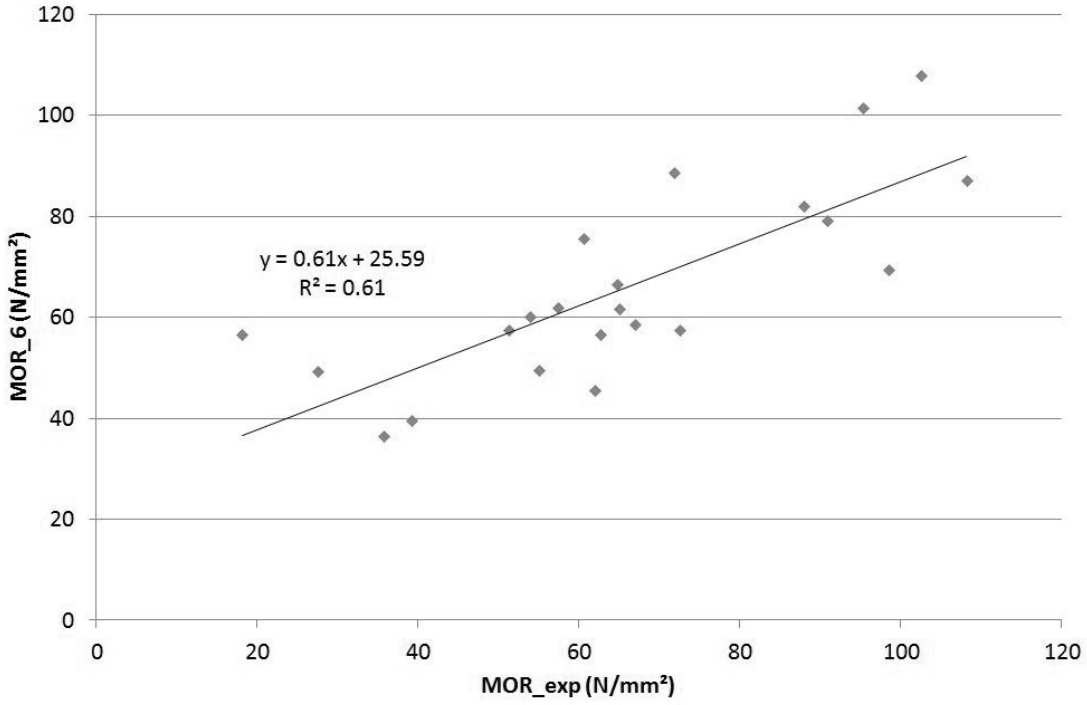


Figure 73 : Relation entre la contrainte à la rupture mesurer de manière destructive MOR_exp et la contrainte à la rupture estimée de manière non destructive avec 6 indicateurs MOR_6

La détermination de plus 0.6 est cette fois-ci proche de celle obtenue au paragraphe 4.5.1, mais le modèle MOR_6 prenant en compte six indicateurs différents est à la fois moins robuste est moins précis que le modèle ΔMOR_4 qui ne prend en compte que quatre indicateurs et qui nécessite une manipulation de flexion dynamique en moins.

4.5.2 Estimation de la résistance en flexion : cas pratiques

En considérant qu'il est possible d'estimer la contrainte à la rupture ou sa variation due au traitement à l'aide des indicateurs utilisés en 4.5.1, il devient intéressant pour l'industriel de savoir quelles manipulations apportent quels gains en terme d'estimations.

Les indicateurs pris en compte dans ce paragraphe sont ceux qui peuvent être obtenues avec un appareil d'analyse vibratoire sollicitant les planches en compression. Ce type de technologie est plus répandu dans l'industrie que celui sollicitant les planches en flexion, car plus simple à automatiser. Avec les indicateurs d'intensité de traitement A_{140}, de masse volumique avant traitement ρ_1, de masse volumique après traitement ρ_2, de module élastique après traitement MOE, d'amortissement après traitement a, et

de leurs variations respectives ΔMOE et Δa. Les régressions sont calculées telles que le décrit l'équation 4.10 à partir du lot complet des 59 planches de frêne.

$$Y = \alpha_{A_{140}} A_{140} + \alpha_{\rho_1}\rho_1 + \alpha_{\rho_2}\rho_2 + \alpha_{MOE} MOE + \alpha_a a + \alpha_{\Delta MOE}\Delta MOE + \alpha_{\Delta\rho_1}\Delta\rho_1 + \alpha_{\Delta a}\Delta a + C \quad (4.10)$$

Le Tableau 21 et le

Tableau 22 donnent les valeurs des coefficients de l'équation 4.10 pour $Y = \Delta MOR$ et $Y = MOR$ respectivement.

Tableau 21 : Coefficients des indicateurs pour différentes régressions linéaires à partir de la variation de module de rupture ΔMOR, et coefficients de détermination correspondants, pour des planches de frêne chauffées entre 170 et 228 °C

$\alpha_{A_{140}}$	α_{ρ_1}	α_{ρ_2}	α_{MOE}	α_a	$\alpha_{\Delta MOE}$	$\alpha_{\Delta a}$	C	R^2 (ΔMOR)
-0.4	-	-	-	-	-	-	13.4	0.34
-0.4	-41.2	-	-	-	-	-	42.0	0.34
-0.4	-78.3	45.9	-	-	-	-	36.3	0.34
-0.5	-48.7	-101.5	0.0039	-30.9	-	-	61.5	0.36
-0.4	-843.6	869.5	0.0056	-2520.7	-6.6	-0.1	-67.4	0.53

Tableau 22 : Coefficients des indicateurs pour différentes régressions linéaires à partir de le module de rupture MOR, et coefficients de détermination correspondants, pour des planches de frêne chauffées entre 170 et 228 °C

$\alpha_{A_{140}}$	α_{ρ_1}	α_{ρ_2}	α_{MOE}	α_a	$\alpha_{\Delta MOE}$	$\alpha_{\Delta a}$	C	R^2 (MOR)
-0.4	-	-	-	-	-	-	110.8	0.36
-0.4	-109.1	-	-	-	-	-	186.7	0.38
-0.3	-219.6	136.5	-	-	-	-	169.6	0.41
-0.3	-271.7	-109.5	0.0011	211.6	-	-	207.9	0.46
-0.2	-863.7	840.4	0.0020	-1038.6	-4.8	-0.1	114.9	0.56

Les coefficients de détermination trouvés ici sont différents de ceux trouvés en 4.5.1 où l'échantillon est plus restreint. La forte nodosité de certaines planches diminue les corrélations précédemment obtenues sur des planches qui pour la plupart ne comportent pas de nœuds.

Ces deux tableaux montrent également qu'avec les mêmes indicateurs, le module de rupture après traitement est estimé plus facilement que sa variation due au traitement, ce qui enlève la contrainte d'un classement mécanique avant le traitement. Cependant, la robustesse de ce modèle mériterait d'être vérifiée sur de nouvelles campagnes d'essais.

4.5.3 Influence de la largeur de cernes

Une information qui n'est jusqu'à présent pas prise en considération dans les modèles retenus dans cette étude est celle de la largeur moyenne des cernes. L'alternance des cernes annuels sont autant de discontinuités dans le matériau qui peuvent avoir une influence directe sur le comportement mécanique du bois. La Figure 74 montre par ailleurs que la largeur de cernes peut avoir une influence sur la perte de masse. Ici, toutes les planches chauffées sont prises en compte.

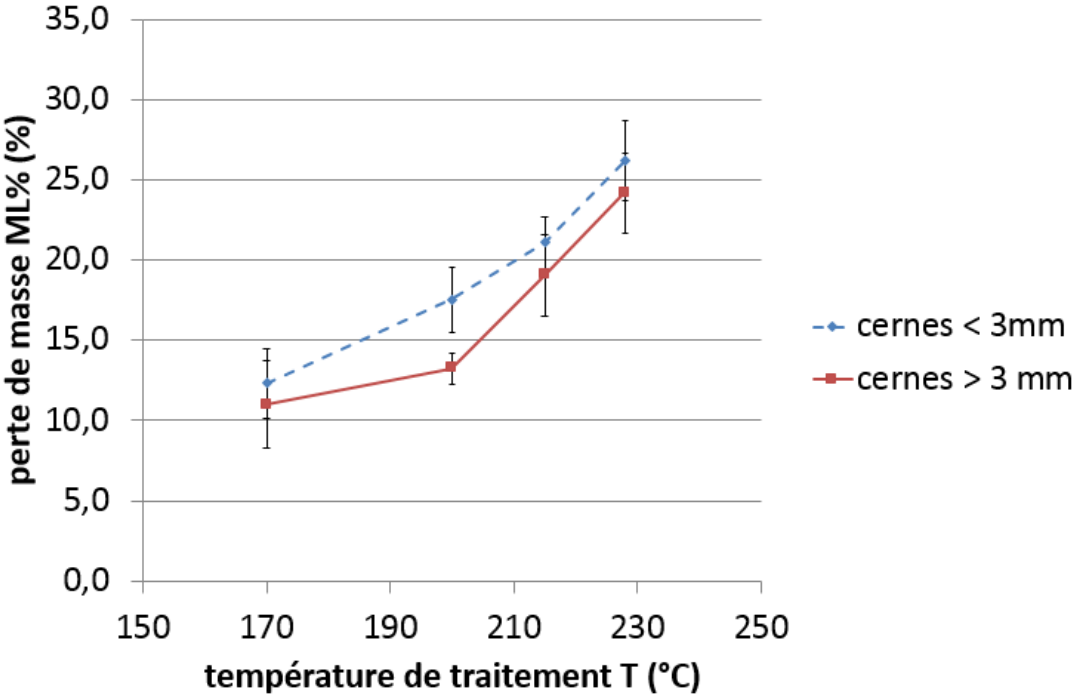


Figure 74 : Pertes de masses en fonction de la température de traitement du frêne mesurées pour des largeurs de cernes moyennes inférieures ou supérieures à

L'analyse de la variance montre que l'interaction de la température et de la largeur moyenne de cernes a une influence sur le résultat de la perte de masse. Cette influence suggère que la largeur de cernes des avivés soit prise en compte dans ces estimations. Le Tableau 23 montre l'apport de la considération de la largeur de cernes sur les régressions déjà effectuées dans le paragraphe 4.5.1.

Tableau 23 : Coefficients de déterminations R^2 obtenues avec les indicateurs de l'aire sous la courbe A_{140}, de pesées ϱ et $\Delta\varrho$, avec ou sans l'information de largeur moyenne de cernes l_{cernes}

	R^2 (ΔMOR)	R^2 (MOR)
Sans l'information l_{cernes}	0.64	0.66
Avec l'information l_{cernes}	0.74	0.69

L'amélioration du coefficient R^2 de 0.64 à 0.74 pour l'estimation de la variation de la résistance en flexion ΔMOR montre l'importance de l'anatomie, donc des conditions de croissance de l'arbre sur la réaction du bois au traitement thermique.

La Figure 75 justifie la prise en compte de la largeur de cernes comme paramètre indépendant puisqu'il n'existe pas de corrélation entre cette grandeur et la masse volumique. Koga confirme cette hypothèse sur du sapin en montrant que s'il existe effectivement une relation entre la proportion de bois d'été de bois de printemps et la densité, celle-ci n'est pas en lien avec la largeur de cernes [Koga and Zhang, 2002].

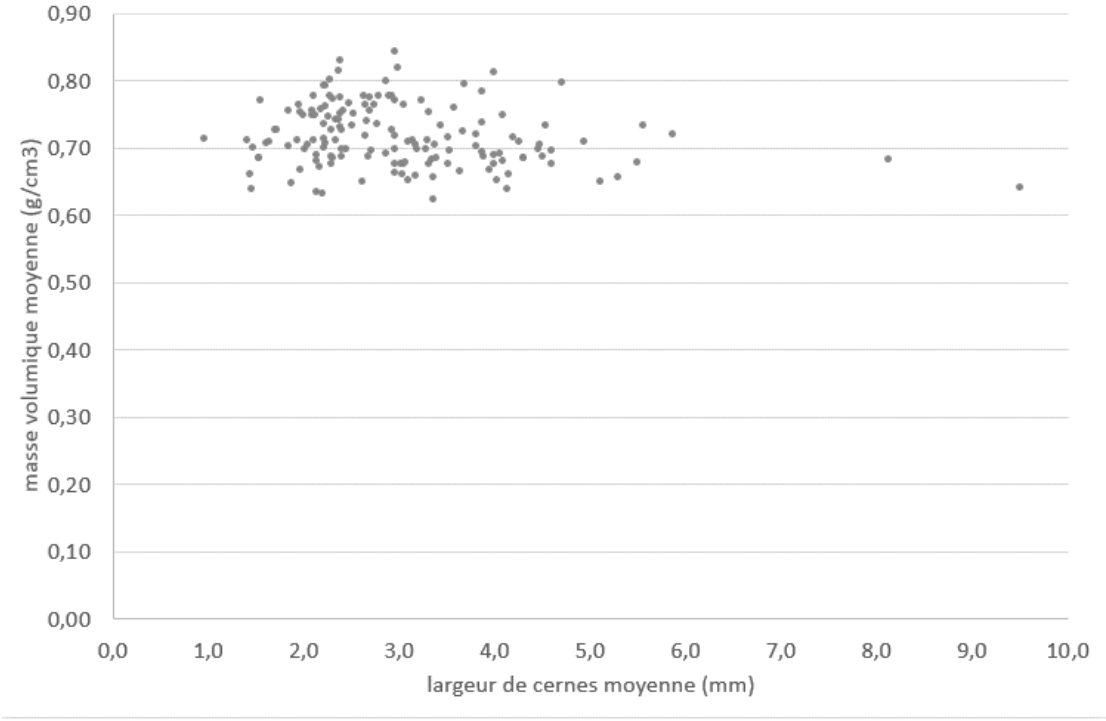


Figure 75 : masse volumique moyenne en fonction de la largeur de cernes moyenne pour des planches de frêne non traité

4.6 Conclusions

Ce chapitre présente les relations qui existent entre, d'une part, les indicateurs obtenues par les mesures non destructives de pesées, de l'analyse vibratoire, de l'analyse de la composition élémentaire, de l'intensité de traitement, et les mesures destructives de perte de masse et de flexion d'autre part. Les indicateurs retenus sont les suivants : la masse volumique ρ, le module élastique MOE, le module de cisaillement G, l'amortissement du signal a, le rapport oxygène-carbone O/C, et les intensités de traitement A_{100} et A_{140}.

Le paragraphe 4.1.1 montre à partir de petites éprouvettes sans défaut qu'il est plus précis d'estimer la variation de module de rupture ΔMOR due au traitement plutôt que d'estimer directement le module de rupture MOR des bois chauffés. Cette estimation est donc possible grâce aux variations relatives des indicateurs de masse volumique $\Delta\rho$, de module élastique ΔMOE, de module de cisaillement ΔG, et d'amortissementΔa. L'utilisation seule de la mesure vibratoire permet une estimation avec une détermination R^2 de 0.45 sur des éprouvettes en dimension d'emploi. L'analyse de la composition élémentaire est confirmée comme un bon indicateur de la perte de masse sur l'échantillon de frêne traité de manière industriel. En revanche, c'est une information qui ne permet pas d'estimer la résistance mécanique de ce même échantillon. L'information plus globale des intensités de traitement calculées grâce à l'aire sous la courbe de traitement est mise en évidence comme un bon moyen d'estimer à la fois la perte de masse et la résistance mécanique.

L'utilisation conjointe de l'indicateur de l'intensité de traitement avec les informations individuelles de pesées conduit à une bonne estimation individuelle des modules de ruptures MOR et de leurs variations ΔMOR avec des coefficients de détermination R^2 de plus de 0.6. Mais les corrélations obtenues sont nettement moins bonnes lorsque la nodosité des planches augmente.

Enfin, l'importance de la vitesse de croissance des bois est également mise en évidence avec la largeur moyenne de cernes comme un paramètre aussi important que celui de la masse volumique pour expliquer les variations de résistances mécaniques dues au traitement. Cette mesure de manière indutrielle serait aujourd'hui possible grâce aux travaux du laboratoire Le2i[18] pour des applications en merranderie.

[18] Laboratoire Électronique, Informatique et Image

5 Conclusions et perspectives

5.1 Durabilité des bois traités thermiquement

Après avoir vérifié la résistance des bois chauffés aux champignons basidiomycètes rencontrés en classe d'emploi 3, les essais en classe d'emploi 4 montrent que le traitement à plus de 200 °C confère au bois une durabilité nettement supérieure à celle des échantillons non traités. Cette meilleure durabilité permet de concevoir des ouvrages en bois chauffés en contact avec le sol.

Cependant les tests de laboratoire effectués dans cette étude sont remis en question par des travaux réalisés sur des périodes plus longues. Ces différences sont expliquées soit par une variété importante de produits chauffés, soit par des normes d'essais en laboratoire ne permettant pas de rendre compte des aptitude réelles du matériau. Si ces normes doivent être révisées et intégrer les produits chauffés, c'est dans le sens de conditions d'exposition plus sévères pour le matériau que le changement doit être opéré, en proposant des temps d'exposition de l'ordre de plusieurs mois, voire plusieurs années, ou en diversifiant les agents de dégradation par exemple. Cette contrainte justifie la nécessité de trouver des indicateurs permettant d'estimer la durabilité des bois chauffés pour s'affranchir des longs temps d'essais.

Par ailleurs, la distinction faite entre le duramen et l'aubier a permis de montrer que la durabilité du duramen du chêne n'était pas dégradée par le traitement thermique, alors que celle de l'aubier est considérablement améliorée. Ces résultats présentent un intérêt pour les scieries qui doivent purger l'aubier des chênes : le traitement thermique permet d'obtenir un matériau plus homogène d'un point de vue de la durabilité, et représente une source de valorisation des sciages de qualité secondaire.

5.2 Caractérisation mécanique des bois traités thermiquement

L'influence du traitement thermique sur les performances mécaniques est hétérogène : la batterie d'essais conduits sur le frêne a permis de montrer que les propriétés de résistances diminuaient toutes à des degrés différents, tandis que le module élastique axial varie très peu et que le module transversal augmente de manière importante. La dégradation des constituants des parois cellulaires a une influence particulièrement visible sur la dégradation des rayons ligneux et sur la résistance au cisaillement.

La quantité d'essais réalisés au cours de ce travail a aussi permis de montrer que le traitement thermique n'atténuait pas la variabilité des propriétés mécaniques inhérentes au matériau bois, et que si la température de traitement est un paramètre significatif vis-à-vis des propriétés de résistance ou d'élasticité, la dispersion des valeurs autour de la valeur moyenne demeure importante.

5.3 Développement d'indicateurs pour estimer l'intensité de traitement

Après cette caractérisation des relations ont été cherchées entre les propriétés mécaniques et de durabilité et des méthodes rapides et non destructives. Les méthodes testées sont les suivantes : analyse vibratoire, analyse de la composition élémentaire, et suivi de la température de traitement en fonction du temps. Les mesures effectuées avec ces méthodes sont qualifiées d'indicateurs. L'analyse vibratoire est déjà utilisée pour caractériser les performances mécaniques des bois non traités, la composition élémentaire a déjà été mise en avant pour prédire la durabilité des bois chauffés, et ce travail montre que l'aire sous la courbe est également un bon indicateur de l'intensité du traitement thermique.

Le LERMAB de Nancy a établi un lien entre la résistance aux champignons basidiomycètes que l'on rencontre en classe d'emploi 3 et la perte de masse due au traitement thermique. Le travail présenté ici propose une relation entre les informations de l'analyse vibratoire et la perte de masse. Cette relation suppose une mesure avant et après traitement pour obtenir les indicateurs $\Delta\rho$ et ΔMOE qui sont respectivement les variations de masse volumique et de module élastique dues au traitement. Ces informations permettent non seulement d'estimer la perte de masse, mais sont aussi des

propriétés intervenant dans le classement mécanique du bois au sens de la norme européenne EN 338.

Cependant, les propriétés limitant ce classement sont les propriétés de résistance. Parmi elles, le module de rupture en flexion MOR est observé à la fois pour des raisons pratiques, mais aussi parce que les normes européennes de classement mécanique actuelles s'intéressent d'abord à celui-ci. Ce travail montre qu'il peut être estimé avec une bonne précision grâce à l'utilisation conjointe de l'indicateur global de l'aire sous la courbe A_{140}, et des pesées avant et après traitement pour obtenir les indicateurs de masses volumiques ρ et $\Delta\rho$. Ces trois indicateurs permettent d'estimer sur l'échantillon restreint à un vingtaine de planches la résistance en flexion avec un coefficient de détermination de plus de 0.6. Cette estimation présente également l'avantage de ne pas prendre en compte l'analyse vibratoire, réduisant les coûts de manipulations.

La prédiction de la contrainte à la rupture en flexion n'est qu'un pas vers la certification des performances mécaniques des bois chauffés. Leurs comportements étant différents de ceux des bois non traités, il est d'abord important de comprendre l'influence du traitement thermique sur chaque propriété mécanique avant d'établir de nouveaux référentiels de classement. Le développement des indicateurs mis en avant ici est un point clé pour la faisabilité de telles campagnes d'essais car chaque échantillon de bois chauffé a un comportement qui lui est propre en fonction de l'essence traitée, du cycle suivi, et du procédé utilisé.

5.4 Perspectives

Aujourd'hui l'information globale de l'aire sous la courbe est déjà disponible sur les sites de traitement thermique du bois, et les appareils d'analyse vibratoire sont développés pour des utilisations industrielles. A condition de trouver combien de planches sont représentatives de l'ensemble du four, couplée à l'aire sous la courbe l'analyse vibratoire d'un nombre limité de planches pourrait être une méthode permettant d'estimer à la fois la durabilité et les performances mécaniques après traitement. Cette analyse qui est explorée dans ce travail mériterait d'être poursuivie ; et ce d'autant plus que certaines informations du signal vibratoire n'ont pas encore été prises en compte, comme l'écart entre les modes propres expérimentaux et théoriques. Dans cette optique, une interface graphique a été créée au LaBoMaP, et permet de traiter les informations vibratoires de lots de planches avant et après le traitement. Un modèle analytique pourra être associé à chaque essence pour estimer les performances mécaniques et la durabilité à partir de ces informations. L'interface est présentée sur la Figure 76.

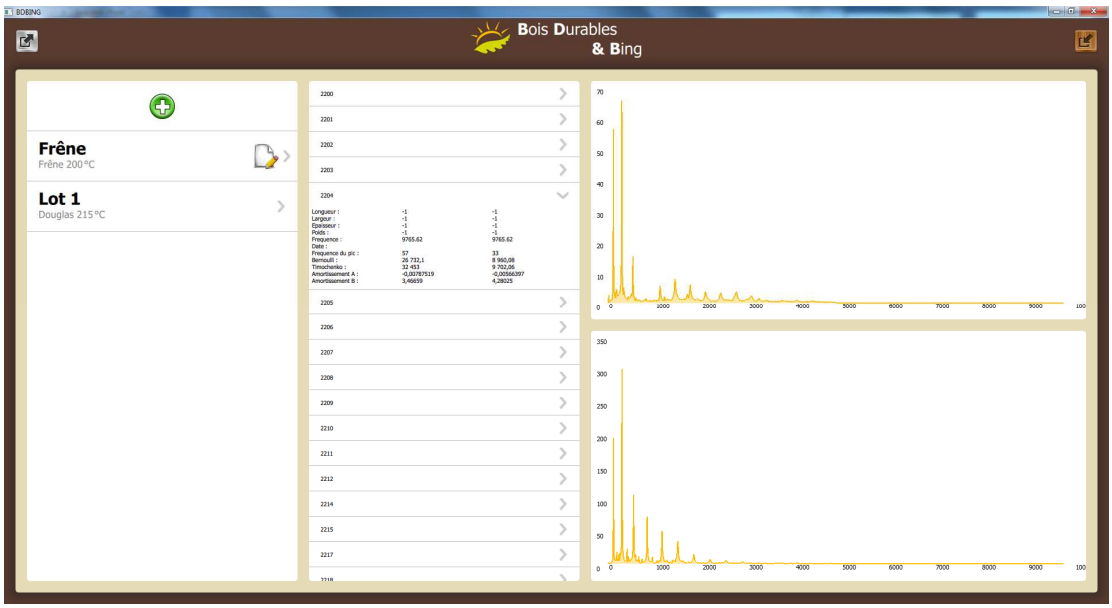


Figure 76 : Interface du programme BDBing

Une autre approche consisterait à effectuer des campagnes d'essais sur un nombre important d'échantillons avec de grands effectifs. Cette approche statistique permettrait de mieux connaître les bois chauffés tels qu'ils existent aujourd'hui, mais cela ralentirait le développement de nouveaux cycles et de nouvelles technologies de traitement thermique, puisque les campagnes seraient effectuées sur des essences données, à une température et avec un procédé existant aujourd'hui.

Les relations mises en évidence entre les indicateurs et l'intensité de traitement ne sont pas nécessairement des liens de causalité. Le dénominateur commun se situe probablement aux niveaux anatomique et chimique de la structure du bois. La compréhension des liens entre indicateurs et propriétés mécaniques permettrait par ailleurs de sélectionner des modèles mathématiques plus justes que les relations linéaires choisies dans ce travail.

Le développement d'indicateurs permettra également d'optimiser la conduite des fours en déterminant à partir de quelles intensités les usages en classes d'emploi 3 ou 4 sont possibles.

Communications

Certaines parties de ce travail ont pu être valorisées sous forme d'articles scientifiques, de présentations orales, ou de posters. Ces communications sont listées ci-après.

Articles

- K. Candelier, S. Hannouz, M. Elaieb, R. Collet, S. Dumarçay, A. (2015). Utilization of temperature kinetics as a method to predict treatment intensity and corresponding treated wood quality durability and mechanical properties of thermally modified wood. *Maderas-Cienc Tecnol*, 17(2)
- S. Hannouz, R. Collet, K. Candelier, J-C. Butaud, L. Bléron. Mechanical grading of heat treated ash wood. *International wood productsJournal* (article soumis)

Présentations

- Simon Hannouz, Robert Collet, Laurent Bléron, Kevin Candelier, Philippe Gérardin. (2012) Caractérisation mécanique et biologique de bois traités thermiquement en vue de leur mise en œuvre. *Quatrième Séminaire National Matériaux, Procédés et Environnement*, Boumerdès
- Simon Hannouz, Robert Collet, Philippe Gérardin. (2013) Durability of heat treated hardwood species in ground contact. *COST Action FP 0904 – Thermo-Hydro-Mechanical Wood Behaviour and Processing - Evaluation, processing and predicting of THM treated wood behaviour by experimental and numerical methods*, Iasi
- Simon Hannouz, Robert Collet, Jean-Claude Butaud, Kevin Candelier, Laurent Bléron. (2014) Mechanical grading of heat treated ash wood. *COST Action FP 0904 – Thermo-Hydro-Mechanical Wood Behaviour and Processing - Workshop "Damage and Fracture Coupling with Thermo-Hydro-Mechanical effects"*, Bordeaux

Posters

- Simon Hannouz, Robert Collet, Laurent Bléron, Remy Marchal, Philippe Gérardin. (2012) Mechanical properties of heat treated French species wood. *COST Action FP 0904 – Thermo-Hydro-Mechanical Wood Behaviour and Processing - Current and Future Trends of Thermo-Hydro-Mechanical Modification of Wood - Opportunities for new markets?*, Nancy
- Simon Hannouz, Robert Collet, Laurent Bléron, Kevin Candelier, Philippe Gérardin. (2012) Caractérisation mécanique de bois de feuillus modifiés thermiquement en vue de leur mise en œuvre. *Journées scientifiques du GDR 3544 « Sciences du Bois »*, Montpellier
- Simon Hannouz, Robert Collet, Jean-Claude Butaud, Kevin Candelier, Laurent Bléron. (2013) Classement mécanique du frêne traité thermiquement. *Journées scientifiques du GDR 3544 « Sciences du Bois »*, Champs-sur-Marne
- K. Candelier, S. Hannouz, M. Elaieb, R. Collet, S. Dumarçay, A. Pétrissans, P. Gérardin, M. Pétrissans. (2014) Moyens de contrôle et/ou de prédiction de qualité des bois modifiés thermiquement. *Journées scientifiques du GDR 3544 « Sciences du Bois »*, Nancy

Références

[Ahajji et~al., 2009] Ahajji, A., Diouf, P. N., Aloui, F., Elbakali, I., Perrin, D., Merlin, A., and Geroge, B. (2009). Influence of heat treatment on antioxidant properties and colour stability of beech and spruce wood and their extractives. *Wood Sci Technol*, 43:69–83.

[Akgül et~al., 2007] Akgül, M., Gümüskaya, E., and Korkut, S. (2007). Crystalline structure of heat-treated scots pine and uludag fir wood. *Wood Sci Technol*, 41:281–289.

[Almeida et~al., 2009] Almeida, G., Brito, J. O., and Perré, P. (2009). Changes in wood-water relationship due ti heat treatment assessed on micro-samples of three eucalyptus species. *Holzforschung*, 63:80–88.

[Appel et~al., 1975] Appel, Fu, Illig, Steffgen, and Miller (1975). Conversion of cellulosic wastes to oil. Technical report, NASA STI/Recon.

[Bjurhager, 2011] Bjurhager, I. (2011). *Effect of cell wall structure on tensile properties of hardwood*. PhD thesis, KTH Chemical science and engineering, Stockholm, Sweden.

[Blomberg et~al., 2005] Blomberg, J., Personn, B., and Blomberg, A. (2005). Effect of semi-isostatic densification of wood on the variation in strength properties with density. *Wood science and technology*, 39(5):339–350.

[Boonstra et~al., 2007] Boonstra, M. J., Acker, J. V., Tjeerdsma, B. F., and Kegel, E. V. (2007). Strength properties of thermally modified softwoods and its relation to polymeric structural wood constituents. *Ann. For. Sci.*, 64:679–690.

[Boonstra et~al., 1998] Boonstra, M., Tjeerdsma, B., and Groenveld, H. (1998). Thermal modification of nondurable wood species. 1. the plato technology: thermal modification of wood. In *International Research Group Wood Pre, Section 4 - Processes. 29 Annual Meeting Maastricht*, page 13.

[Boonstra, 2008] Boonstra, M. (2008). *A two-stage thermal modification of wood*. PhD thesis, Gent University, Université Henri Poincaré - Nancy 1.

[Borrega and Kärenlampi, 2010] Borrega, M. and Kärenlampi, P. P. (2010). Three mechanisms affecting the mechanical properties of spruce wood dired at high temperatures. *J Wood Sci*, 56:87–94.

[Bourgois and Guyonnet, 1988] Bourgois, J. and Guyonnet, R. (1988). Characterization and analysis of torrefied wood. *Wood science and technology*, 22(2):143–155.

[Brancheriau et~al., 2002] Brancheriau, L., Bailleres, H., and Guitard, D. (2002). Comparison between modulus of elasticity values calculated using 3 and 4 point bending tests on wooden samples. *Wood science and technology*, 36:367–383.

[Brancheriau and Bailleres, 2002] Brancheriau, L. and Bailleres, H. (2002). Natural vibration analysis of clear wooden beams: a theoretical review. *Wood science and technology*, 36:347–365.

[Brancheriau, 2002] Brancheriau, L. (2002). *Expertise mécanique des sciages par analyse des vibrations dans le domaine acoustique*. PhD thesis, Université de la méditérannée, Aix Marseille II.

[Bras et~al., 2011] Bras, J., Viet, D., Bruzzese, C., and Dufresne, A. (2011). Correlation between stiffness of sheets prepared from cellulose whiskers and nanoparticles dimensions. *Carbohydrate Polymers*, 84(1):211–215.

[Brelid et~al., 1999] Brelid, P. L., Simonson, R., and Risman, P. (1999). Acetylation of solid wood using microwave heating. *Holz als Roh- und Werkstoff*, 57:259–263.

[Candelier et~al., 2011] Candelier, K., Chaouch, M., Dumarçay, S., Pétrissans, A., Pétrissans, M., and Gérardin, P. (2011). Utilization of thermodesorption coupled to gc-ms to study stability of different wood species to thermodegradation. *Journal of analytical and applied pyrolysis*, 92:376–383.

[Candelier et~al., 2013a] Candelier, K., Dumarçay, S., Pétrissans, A., Desharnais, L., and Gérardin, P. (2013a). Comparison of chemical composition and decay durability of heat treated wood cured different inert atmospheres: nitrogen and vacuum. *Polymer degradation and stability*, 98:677–681.

[Candelier et~al., 2013b] Candelier, K., Dumarçay, S., Pétrissans, A., Gérardin, P., and Pétrissans, M. (2013b). Comparison of mechanical properties of heat-treated beech wood cured under nitrogen or vaccum. *Polymer degradation and stability*, 98:1762–1765.

[Candelier et~al., 2013c] Candelier, K., Dumarçay, S., Pétrissans, A., Pétrissans, M., Kandem, P., and Gérardin, P. (2013c). Thermodesorption coupled to gc-ms to characterize volatiles formation kinetic during wood thermodegradation. *Journal of analytical and applied Pyrolysis*, pages 96–102.

[Chaouch et~al., 2010] Chaouch, M., Pétrissans, M., Pétrissans, A., and Gérardin, P. (2010). Use of wood elemental composition to predict heat treatment intensity and decay resistance of different softwood and hardwood species. *Polymer Degradation and stability*, 95:2255–2259.

[Chaouch, 2011] Chaouch, M. (2011). *Effet de l'intensité du traitement sur la composition élémentaire et la durabilité du bois traité thermiquement : développement d'un marqueur de prédiction de la résistance aux champignons basidiomycètes*. PhD thesis, Nancy-Université.

[Choffel, 1999] Choffel, D. (1999). Automation of wood mechanical grading: coupling of vision and microwave devices. In *SPIE 3836, Machine vision system for inspection and metrology VIII*.

[Ding et~al., 2011] Ding, T., Gu, L., and Li, T. (2011). Influence of steam pressure on physical and mechanical properties of heat-treated mongolian pine lumber. *Eur. J. Wood Prod.*, 69:121–126.

[Esteves et~al., 2008] Esteves, B., Graça, J., and Pereira, H. (2008). Extractive composition and summative chemical analysis of thermally treated eucalypt wood. *Holzforschung*, 62:344–351.

[Esteves et~al., 2007] Esteves, B., Marques, A. V., Idalina, and Pereira, H. (2007). Influence of steam heating on the properties of pine (pinus pinaster) and eucalypt (eucalyptus globulus) wood. *Wood Sci Technol*, 41:193–207.

[Esteves et~al., 2011] Esteves, B., Nunes, L., and Pereira, H. (2011). Properties of furfurylated wood (pinus pinaster). *Eur. J. Wood Prod*, 69:521–525.

[Fang et~al., 2012] Fang, C.-H., Mariotti, N., Cloutier, A., Koubaa, A., and Blanchet, P. (2012). Densification of wood veneers by compression combined with heat and steam. *Eur. J. Wood Prod.*, 70:155–163.

[FCBA, 2011] FCBA (2011). Perspectives de valorisation de la ressource de bois d'œuvre feuillus en france. Technical report, FCBA.

[Fengel, 1984] Fengel, D. (1984). *Wood: chemistry, ultrastructure, reactions*. Walter de Gruyter.

[Finnish Thermowood Association] Finnish Thermowood Association. Manuel thermowood. Snellmninkatu 13, FIN-00171 Helsinki, Finland.

[Florentin, 2013] Florentin, G.-H. (2013). Mémento. Technical report, Institut technologique FCBA : Forêt, Celulose, Bois-construction, Ameublement.

[Früwald, 2007] Früwald, E. (2007). Effect of high-temperature drying on properties of norway spruce and larch. *Holz Roh Werkst*, 65:411–418.

[Ganne-Chedéville, 2008] Ganne-Chedéville, C. (2008). *Soudage linéaire du bois : étude et compréhension des modifications physico-chimiques et développement d'une tehcnologie d'assemblage innovante*. PhD thesis, Université Henri Poincaré.

[Garcia et~al., 2012] Garcia, R. A., de Carvalho, A. M., de Figueiredo Latorraca, J. V., de Matos, J. L. M., Santos, W. A., and de Medeiros Silva, R. F. (2012). Nondestructive evaluation of heat-treated eucalyptus grandis hill ex maiden wood using stress wave method. *Wood Sci Technol*, 46:41–52.

[Garotte et~al., 1999] Garotte, G., Dominguez, H., and Parajo, J. C. (1999). Hydrothermal processing of lignocellulosic materials. *Holz als Roh- und Werkstoff*, 57:191–202.

[Gierlinger et~al., 2004] Gierlinger, N., Jacques, D., Schanninger, M., Wimmer, R., and Pâques, L. E. (2004). Heartwood extractives and lignin content of different larch species (larix sp.) and relationships to brown-rot decay-resistance. *Trees*, 18:230–236.

[Gonzalez-Pena and Hale, 2011] Gonzalez-Pena, M. M. and Hale, M. D. (2011). Rapid assessment of physical properties and chemical composition of thermally modified wood by mid-infrared spectroscopy. *Wood Sci Technol*, 45:83–102.

[Gonzalez-Pena et~al., 2009] Gonzalez-Pena, M., Curling, S. F., and Hale, M. D. (2009). On the effect of heat on the chemical composition and dimensions of thermally modified wood. *Polymer degradation and stability*, 94:2184–2193.

[Guo et~al., 2014] Guo, F., Huang, R., Lu, J., Chen, Z., and Cao, Y. (2014). Evaluating the effect of heat treating temperature and duration on selected wood properties using comprehensive cluster analysis. *J. Wood Sci*, 60:255–262.

[Hakkou et~al., 2005] Hakkou, M., Pétrissans, M., Zoulalian, A., and Gérardin, P. (2005). Investigation of wood wettability changes during heat treatment on the basis of chemical analysis. *Polymer Degradation and Stability*, 89:1–5.

[Hasnikova and Kuklik, 2013] Hasnikova, H. and Kuklik, P. (2013). Investigation of timber members at the marasyk station in prague by non-destructive methods. *Advanced material research*, 778:243–249.

[Inari et~al., 2009] Inari, G. N., Pétrissans, M., Pétrissans, A., and Gérardin, P. (2009). Elemental composition of wood as a potential marker to evaluate heat treatment intensity. *Polymer degradation and stability*, 94:365–368.

[Jehl, 2012] Jehl, A. (2012). *Modélisation du comportement mécanique des bois de structures par densitométrie X et imagerie laser*. PhD thesis, Arts et Métiers ParisTech.

[Kamdem et~al., 2002] Kamdem, D., Pizzi, A., and Jermannaud, A. (2002). Durability of heat-treated wood. *Holz als Roh- und Werkstoff*, 60:1–6.

[Kocaefe et~al., 2007] Kocaefe, D., Chaudhry, B., Poncsak, S., Bouazara, M., and Pichette, A. (2007). Thermogravimetric study of high temperature treatment of aspen: effect of treatment parameters on weight loss and mechanical properties. *J Mater Sci*, 42:854–866.

[Kocaefe et~al., 2008] Kocaefe, D., Poncsak, S., and Boluk, Y. (2008). Effect of thermal treatment on the chemical composition and mechanical properties of birch and aspen. *Bioresources*, 3(2):517–537.

[Koga and Zhang, 2002] Koga, S., and Zhang, SY. (2002). Relationships between wood density na dannual growth rate omponents in balsam fir (Abies balsamea). *Wood and fiber science*, 34(1):146–157.

[Kollmann and Côté, 1968] Kollmann, F. F. and Côté, W. A. (1968). *Principles of wood science and technology*. Springer-Verlag Berlin, Heidelberg.

[Kol, 2010] Kol, H. S. (2010). Characteristics of heat-treated turkish pine and fir wood after thermowood processing. *Journal of Environmental Biology*, 31(6):1007–1011.

[Korkut et~al., 2008] Korkut, D. S., Korkut, S., Bekar, I., Budakci, M., Dilik, T., and Cakicier, N. (2008). The effect of heat treatment on the physical properties and surface roughness of turkish hazel (corylus colurna) wood. *Int. J. Mol. Sci.*, 9:1772–1783.

[Korosec et~al., 2009] Korosec, R. C., Lavric, B., Rep, G., Pohleven, F., and Bukovec, P. (2009). Thermogravimetry as a possible tool for determining modification degree of thermally treated norway spruce wood. *J Them Anal Calorim*, 98:189–195.

[Lanvin et~al., 1998] Lanvin, J.-D., Nasri, N., Chambellan, D., and Pascal, G. (1998). Classement des bois de structure au moyen d'un densitomètre à rayon x. *J. Phys. IV France*, 8(PR5):561–567.

[Mburu et~al., 2007] Mburu, F., Dumarçay, S., Huber, F., Pétrissans, M., and Gérardin, P. (2007). Evaluation of thermally modified grevillea robusta heartwood as an alternative to shortage of wood resource in kenya: Characterization of physicochemical properties and improvement of bio-resistance. *Bioresource Technology*, 98:3478–3486.

[Missoum et~al., 2013] Missoum, K., Belgacem, M. N., and Bras, J. (2013). Nanofibrillated cellulose surface modification: a review. *Materials*, 6:1745–1766.

[Navi and Heger, 2005] Navi, P. and Heger, F. (2005). *Comportement thermo-hydromécanique du bois*. Presses polytechniques et universitaires romandes.

[Navi and Sandberg, 2012] Navi, P. and Sandberg, D. (2012). *Thermo-hydro-mechanical processing of wood*. CRC Press.

[Norimoto et~al., 1993] Norimoto, M., Gril, J., Shiraishi, N., and Kajita, H. (1993). Structure and properties of chemically treated woods. *Recent research on wood-based materials*, pages 135–154.

[Norimoto and Gril, 1989] Norimoto, M. and Gril, J. (1989). Wood bending using microwave heating. *Journal of microwave power and electromagnetic energy*, 24(4):203–212.

[Pétrissans et~al., 2003] Pétrissans, M., Gérardin, P., bakali, I. E., and Serraj, M. (2003). Wettability of heat-treated wood. *Holzforschung*, 57:301–307.

[Pierre et~al., 2011] Pierre, F., Brito, J. O., and Perré, P. (2011) Influence of torrefaction on some chemical and energy properties of maritime pine and pedunculate oak, *Bioresources* 6:1204–1218

[Poletto et~al., 2012] Poletto, M., Zattera, A. J., Forte, M. M., and Santana, R. M. (2012). Thermal decomposition of wood: Influence of wood components and cellulose crystallite size. *Bioresource Technology*, 109:148–153.

[Pope et~al., 2005] Pope, D., Marcroft, J., and Whale, L. (2005). The effect of global slope of grain on the bending strength of scaffold boards. *Hol als Roh- und Werkstoff*, 63:321–326.

[Rapp and Sailer, 2000] Rapp, A. O. and Sailer, M. (2000). Heat treatment in germany. In *Production and development of heat treated wood in Europe*.

[Rousset et~al., 2004] Rousset, P., Perré, P., and Girard, P. (2004). Modification of mass transfer properties in poplar wood (p. robusta) by a thermal treatment at high temperature. *Holz Roh Werkst*, 62:113–119.

[Rowell, 2009] Rowell, R. M. (2009). Understanding decay resistance, dimensional stability and strength changes in heat treated and acetylated wood. *Wood material science and engineering*, 4:14–22.

[Sandoz, 1999] Sandoz, J. (1999). Standing tree quality assessments using ultrasound. In *International symposium on urban tree health*, volume 496, pages 269–277, Paris, France.

[Scheiding et~al., 2005] Scheiding, W., Kruse, K., Plaschkies, K., , and Weiss, B. (2005). Thermally modified wood (tmw) for playground toys: investigations on 13 industrially manufactured products. In Militz, H. and Hill, C., editors, *The second european conference on wood modification*, pages 12–19.

[Schultz et~al., 1984] Schultz, T. P., Ginnins, G. D. M., and Biermann, C. J. (1984). Similarities and differences in pretreating woody biomass by steam explosion, wet oxidation, autohydrolysis, and rapid steam hydrolysis/continuous extraction. In *Energy from biomass and wastes VIII*.

[Shi et~al., 2007] Shi, J. L., Kocaefe, D., and Zhang, J. (2007). Mechanical behaviour of québec species heat-treated using thermowood process. *Holz Roh Werkst*, 65:255–259.

[Simonhao and Silvennoinen, 2006] Simonhao, S.-P. and Silvennoinen, R. (2006). Sensing of wood density by laser light scattering pattern and diffractive optical element based sensor. *J. Opt. Technol.*, 73:170–174.

[Sivonen et~al., 2002] Sivonen, H., Maunu, S. L., Sundholm, F., Jämsä, S., and Viitaniemi, P. (2002). Magnetic resonance studies of thermally modified wood. *Holzforschung*, 56:648–654.

[Stamm et~al., 1960] Stamm, A. J., Burr, H. K., and Kline, A. A. (1960). Heat stabilized wood (staybwood). *Madison, Wis.: US Dept. of Agriculture, Forest Service, Forest Products Laboratory*.

[Sundqvist et~al., 2006] Sundqvist, B., Karlsson, O., and Westermark, U. (2006). Determination of formic-acid and acetic acid formation during hydrothermal treatment of birch wood and its relation to colour, strength, and hardness. *Wood Sci Technol*, 40:549–561.

[Sun et~al., 2010] Sun, D.-P., Ma, B., Zhu, C.-L., Liu, C.-S., and Yang, J.-Z. (2010). Novel nitrocellulose made from bacterial cellulose. *Journal of energetic material*, 28(2):85–97.

[Sustersic et~al., 2010] Sustersic, Z., Mohareb, A., Chaouch, M., Pétrissans, M., Petric, M., and Gérardin, P. (2010). Prediction of the decay resistance of heat treated wood on the basis of its elemental decomposition. *Polymer degradation and stability*, 95:94–97.

[Tanahashi et~al., 1989] Tanahashi, M, Goto, T., Horii, A., and Higushi, T. (1989). Caracterization of stem exploded wood, iii. Transformation of cellulose crystals and changes of crystallinity. *Mokuzai Gakkaishi*, 35.

[Tasdemir and Hiziroglu, 2014] Tasdemir, C. and Hiziroglu, S. (2014). Measurement of various properties of southern pine and aspen as function of heat treatment. *Measurement*, 49:91–98.

[Tjeerdsma et~al., 1998] Tjeerdsma, B., Boonstra, M., Pizzi, A., Tekely, P., and Militz, H. (1998). Characterization of thermally modified wood: molecular reasons for wood performance improvement. *Holz als Roh- und Werkstoff*, 56:149–153.

[Todaro et~al., 2012] Todaro, L., Zanuttini, R., Scopa, A., and Moretti, N. (2012). Influence of combined hydro-thermal treatments on selected properties of turkey oak (querçus cerris l.) wood. *Wood Sci Technol*, 46:563–578.

[Todorovic et~al., 2012] Todorovic, N., Schwanninger, M., Popovic, Z., and Milic, G. (2012). Comparison of nir and colour change in prediction of heat-treated beech wood properties. In *Proceedings of the sixth European conference on wood modification*, Ljubljana, Slovenia.

[Van Acker et~al., 2003] Van Acker, J., Stevens, M., Carey, J., Sierra-Alvarez, R., Militz, H., Bayon, I. L., Kleist, G., and Peek, R. D. (2003). Biological durability of wood in relation to end-use. *Holz als Roh- und Werkstoff*, 61:35–45.

[Vernois, 2001] Vernois, M. (2001). Heat treatment of wood in france - state of the art. In *Proceedings of special seminar "Review on heat treatments of wood"*, Antibes.

[Wahl et~al., 2004] Wahl, P., Simonaho, S.-P., Pakarinen, T., and Silvennoinen, R. (2004). Effect of heat-treatment on scattering of laser light from wood grains. *Holz Roh Werkst*, 62:343–345.

[Weiland et~al., 1998] Weiland, J., Guyonnet, R., and Gibert, R. (1998). Analyse de la pyrolyse ménagée du bois par couplage tg-dsc-irtf. *Journal of thermal analysis*, 51:265–274.

[Welzbacher and Rapp, 2007] Welzbacher, C. R. and Rapp, A. O. (2007). Durability of thermally modified timber from industrial-scale processes in different use classes: Results from laboratory and field tests. *Wood Material Science and Engineering*, pages 1–11.

[Welzbacher et~al., 2009] Welzbacher, C., Brischke, C., and A.O., R. (2009). Estimating the heat treatment intensity through various properties of thermally

modified timber (tmt). In *The international research group on wood protection - Section 4 : processes and properties*, Beijing, China.

[Widmann et~al., 2012] Widmann, R., Fernandez-Cabo, J. L., and Steiger, R. (2012). Mechanical properties of thermally modified beech timber for structural purposes. *Eur. J. Wood Prod.*, 70:775–784.

[Windeisen and Wegener, 2008] Windeisen, E. and Wegener, G. (2008). Behaviour of lignin during thermal treatments of wood. *Industrial crops and products*, 27:157–162.

[Yao et~al., 2012] Yao, C., Yongming, F., Jianmin, G., and Houkun, L. (2012). Coloring characteristics of in situ lignin during heat treatment. *Wood Sci Technol*, 46:33–40.

[Yao et~al., 1994] Yao, Yoshioka, and Shiraishi (1994). Soluble properties of liquefied biomass prepared in organic-solvents .1. the soluble behavior of liquified biomass in various diluents. *Mokuzai Gakkaishi*, 40(2):176–184.

[Yoshihara and Matsumoto, 2005] Yoshihara, H. and Matsumoto, A. (2005). Measurement of the shearing properties of wood by in-plane shear test using a thin specimen. *Wood Sci Technol*, 39:141–153.

[Yoshihara et~al., 1999] Yoshihara, H., Ohsaki, H., and Kubojima, Y. (1999). Applicability of the iosipescu shear test on the measurement of the shear properties of wood. *J Wood Sci*, 45:24–29.

Annexes

Tableau 24 : Mesures des variations de résistances en flexion ΔMOR et des résistances en flexion après traitement MOR des planches de frêne chauffées entre 170 et 228 °C, retenues comme ayant une planche non traitée jumelle

Référence	T (°C)	ΔMOR (%)	MOR (N/mm²)
2273	170	0.2	71.9
2269	170	-83.6	18.1
2200	170	0.0	108.2
2266	170	-9.6	95.3
2242	170	-16.9	88.0
2246	170	-7.0	102.6
2231	170	+6.9	98.6
2239	200	-37.1	67.1
2255	200	-38.1	64.7
2203	200	-48.8	60.5
2204	200	-19.6	65.1
2219	200	-40.4	72.5
2208	215	-0.5	57.4
2215	215	-16.0	90.9
2244	215	-40.2	62.0
2201	215	-57.5	51.3
2249	228	-43.3	39.2
2251	228	-63.9	35.7
2254	228	-48.0	53.9
2205	228	-46.5	62.6
2233	228	-78.1	27.5
2253	228	-51.4	55.1

Tableau 25 : Mesures des intensités de traitement avec les aires au-dessus de 100 et 140 °C, des variations de masses volumiques Δϱ et des masses volumiques ϱ des planches de frêne chauffées entre 170 et 228 °C, retenues comme ayant une planche non traitée jumelle

Référence	T (°C)	A_{140} $(°C * h)$	A_{100} $(°C * h)$	$\Delta\rho$ (%)	ρ (g/cm3)
2273	170	64.1	141.9	-11.3	0.667
2269	170	64.1	141.9	-12.7	0.642
2200	170	64.1	141.9	-10.1	0.616
2266	170	64.1	141.9	-11.7	0.562
2242	170	64.1	141.9	-13.1	0.571
2246	170	64.1	141.9	+0.3	0.665
2231	170	64.1	141.9	-12.7	0.643
2239	200	119.7	187.3	-10.3	0.615
2255	200	119.7	187.3	-9.6	0.625
2203	200	119.7	187.3	-7.5	0.658
2204	200	119.7	187.3	-12.6	0.678
2219	200	119.7	187.3	-11.8	0.658
2208	215	119.7	207.8	-19.9	0.563
2215	215	119.7	207.8	-14.7	0.595
2244	215	119.7	207.8	-19.7	0.573
2201	215	119.7	207.8	-17.8	0.600
2249	228	153.1	235.3	-18.0	0.537
2251	228	153.1	235.3	-24.3	0.522
2254	228	153.1	235.3	-25.6	0.505
2205	228	153.1	235.3	-24.4	0.567
2233	228	153.1	235.3	-21.8	0.547
2253	228	153.1	235.3	-21.3	0.557

Tableau 26 : Mesures des informations de l'analyse vibratoire et de leurs variations dues aux traitements thermique des planches de frêne chauffées entre 170 et 228 °C, retenues comme ayant une planche non traitée jumelle

Référence	T (°C)	ΔMOE (%)	ΔG (%)	MOE (N/mm²)	G (N/mm²)	Δa (%)	a
2273	170	-7.7	-30.2	14237	1349	-17.7	-0.0087
2269	170	-3.5	-4.0	13249	1405	241.3	-0.0158
2200	170	-5.1	28.1	14292	1237	82.9	-0.0087
2266	170	-7.5	253.0	11538	1059	-11.9	-0.0066
2242	170	-9.1	-14.9	11981	1071	-40.9	-0.0047
2246	170	6.2	11.8	13814	1333	1.3	-0.0076
2231	170	-5.8	3.2	14898	1178	-18.1	-0.0051
2239	200	-1.4	17.0	14036	1442	-52.4	-0.0057
2255	200	-2.0	3.6	15192	1234	-48.9	-0.0034
2203	200	-0.3	35.8	17858	1368	-81.5	-0.0026
2204	200	-5.5	7.1	16624	1401	-28.1	-0.0057
2219	200	-3.7	2.8	16147	1356	-38.6	-0.0043
2208	215	-13.2	-3.3	13695	1022	25.2	-0.0052
2215	215	-8.7	-4.5	14766	1196	-19.2	-0.0039
2244	215	-10.0	-18.5	12862	1039	-10.0	-0.0099
2201	215	-9.2	0.8	14388	1329	-13.7	-0.0044
2249	228	-7.0	-1.4	12503	1196	2371.4	-0.1263
2251	228	-15.9	-18.2	12732	875	-64.0	-0.0061
2254	228	-22.1	1.3	11113	950	20.1	-0.0053
2205	228	-19.9	-24.6	12339	1092	37.2	-0.0068
2233	228	-15.0	-52.4	13630	980	-62.1	-0.0035
2253	228	-13.6	7.1	11700	1095	11.8	-0.0086

Tableau 27 : Valeurs des coefficients λ_ρ, λ_{MOE}, λ_G et de la constante C_2 pour le frêne chauffé

Essence	λ_ρ (cm^3/g)	λ_{MOE} (mm^2/N)	λ_G (mm^2/N)	C2 (%)
Frêne	-2.20	1.07	-0.01	-7.02

Développement d'indicateurs pour la caractérisation mécanique et la durabilité des bois traités thermiquement

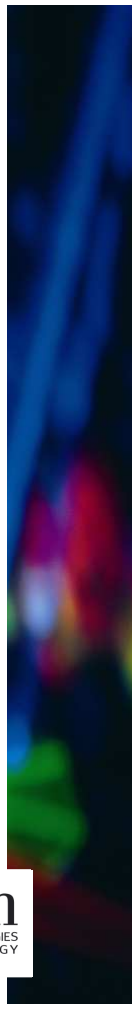
RESUME : Le traitement thermique du bois est une industrie qui se développe depuis une dizaine d'années, mais est freinée par l'absence de certifications. Le bois traité thermiquement est un matériau nouveau dont les propriétés mécaniques et de durabilité sont modifiées grâce aux réactions chimiques des biopolymères avec l'apport de chaleur. Cette étude a pour objectifs de vérifier la durabilité des produits de la société Bois Durables de Bourgogne, d'apprécier l'influence du traitement sur les propriétés mécaniques des bois chauffés, et de développer une méthode non destructive permettant d'apporter des garanties sur les performances à la fois mécaniques et de durabilité des bois chauffés. Les essais de durabilité montrent avec le chêne, le frêne, le hêtre et le peuplier, une amélioration prononcée de la durabilité permettant des usages en classe d'emploi 4. Les variations des propriétés mécaniques dues au traitement thermique sont étudiées sur un échantillon de frêne chauffé à 210 °C, et dépendent de la sollicitation considérée. Dans l'optique de certifier la résistance mécanique et la durabilité des bois chauffés, les propriétés apparaissant comme les plus importantes à estimer sont celles de la résistance en flexion, et de la perte de masse due au traitement thermique directement reliée à la durabilité. Les méthodes non destructives utilisées sur un lot de frêne chauffé entre 170 et 228 °C sont celles de l'analyse vibratoire, de la composition élémentaire, et de l'intensité de traitement via le profil de température en fonction du temps de traitement. Ce dernier indicateur, couplé à l'analyse vibratoire, apparait comme un bon candidat pour caractériser à la fois la résistance en flexion et la durabilité des bois chauffés, et présente l'avantage d'être une donnée disponible sur site industriel.

Mots clés : bois, intensité de traitement, analyse vibratoire, composition élémentaire

Development of indicators showing mechanical characterization and durability of heat-treated wood

ABSTRACT: The heat treatment of wood has been a growing industry in the last decade, but its development is curbed by the lack of certifications. Heat-treated wood is a new material whose mechanical properties and durability are modified by heat transfer and chemical reactions of biopolymers. This study aims at verifying the durability of several wood products heated by the company Bois Durables de Bourgogne, at assessing the influence of heat treatment on the mechanical properties of heat-treated wood, and at developing a non-destructive method to provide guarantees on both mechanical performances and durability of heat-treated wood. Durability tests achieved with ash, beech, poplar and oak woods show a marked improvement in durability enabling uses in hazard class 4. Changes in mechanical properties due to heat treatment are investigated on ash heat-treated at 210 °C, and depend on the mechanical property considered. In order to certify mechanical strength and durability of heat-treated wood, properties appearing as the most relevant are those of bending strength and mass loss due to heat treatment, which is directly linked with durability. Non-destructive methods used on a batch of heat-treated ash between 170 and 228 °C to assess heat-treated wood performances are bending strength, mass loss vibration analysis, elemental composition and treatment intensity captured with temperature curves. The latter coupled with vibration analysis appears as a good indicator to estimate these properties, and has the advantage of being easily available in an industrial frame.

Keywords : wood, treatment intensity, vibration analysis, elemental composition



ARTS ET MÉTIERS ParisTech

ParisTech
INSTITUT DES SCIENCES ET TECHNOLOGIES
PARIS INSTITUTE OF TECHNOLOGY