

Analyse multi-échelle du comportement hygromécanique du bois : Mise en évidence par relaxométrie du proton et mesures de champs volumiques de l'influence de l'hétérogénéité au sein du cerne

Marie Bonnet

▶ **To cite this version:**

Marie Bonnet. Analyse multi-échelle du comportement hygromécanique du bois : Mise en évidence par relaxométrie du proton et mesures de champs volumiques de l'influence de l'hétérogénéité au sein du cerne. Matériaux. Université Paris-Est, 2017. Français. NNT : 2017PESC1042 . tel-01759286

HAL Id: tel-01759286

https://pastel.hal.science/tel-01759286

Submitted on 5 Apr 2018

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

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

Université Paris-Est
Ecole Doctorale Sciences, Ingénierie et Environnement

Thèse présentée pour obtenir le grade de

Docteur de l'Université Paris-Est
Spécialité Structures et Matériaux

par

Marie BONNET

Analyse multi-échelle du comportement hygromécanique du bois : Mise en évidence par relaxométrie du proton et mesures de champs volumiques de l'influence de l'hétérogénéité au sein du cerne

Thèse soutenue le 20 novembre 2017

Jury de thèse

Pascal DOUMALIN	Maître de Conférences HDR, Institut P', Poitiers	Rapporteur
Roger HERNANDEZ	Professeur, Université Laval, Canada	Rapporteur
Denis COURTIER-MURIAS	CR IFSTTAR, Laboratoire Navier, Champs-sur-Marne	Examinateur
Joseph GRIL	DR CNRS, Institut Pascal, Clermont-Ferrand	Examinateur
Cédric MONTERO	Maître de Conférences, LMGC, Montpellier	Examinateur
Patrick PERRE	Professeur, LGPM, Gif-sur-Yvette	Examinateur
Patrick AIMEDIEU	IR CNRS, Laboratoire Navier, Champs-sur-Marne	Invité
Michel BORNERT	ICPEF ENPC, Laboratoire Navier, Champs-sur-Marne	Co-encadrant
Sabine CARE	DR IFSTTAR, Laboratoire Navier, Champs-sur-Marne	Directrice de thèse

Thèse financée par l'IFSTTAR
Institut Français des Sciences et Technologies
des Transports, de l'Aménagement et des Réseaux

ANALYSE MULTI-ECHELLE DU COMPORTEMENT HYGROMECANIQUE DU BOIS :

MISE EN EVIDENCE PAR RELAXOMETRIE DU PROTON ET MESURES DE CHAMPS VOLUMIQUES DE L'INFLUENCE DE L'HETEROGENEITE AU SEIN DU CERNE







MARIE BONNET

2017

Résumé

La variabilité des propriétés du bois ainsi que son hygroscopicité pourraient être un frein à son utilisation dans la construction, même s'il peut être considéré comme un matériau de choix dans le contexte environnemental et économique actuel. Il est donc primordial de mieux comprendre les origines physiques du comportement du bois pour être capable d'améliorer la prédiction de ses propriétés, et pouvoir ainsi le rendre plus compétitif par rapport aux autres matériaux de construction. Le comportement hygromécanique du bois, caractérisé par des variations dimensionnelles en présence de variations d'hygrométrie, est particulièrement difficile à prédire, du fait de sa microstructure multi-échelle et de ses interactions complexes avec l'eau.

Dans ce contexte, la thèse vise à comprendre et enrichir les relations entre la microstructure du bois, ses propriétés de sorption et son comportement hygromécanique, en étudiant l'influence de l'hétérogénéité de l'accroissement annuel (cerne), constitué de bois initial et de bois final dont la structure et les propriétés présentent de nombreuses différences. Cette étude est menée sur du Douglas (*Pseudotsuga menziesii* (Mirb.) Franco), actuellement référencé comme un matériau de structure intéressant. Des outils de caractérisation avancés sont utilisés : la Résonance Magnétique Nucléaire (RMN) du proton pour caractériser les mécanismes de sorption ; la corrélation d'images volumiques (DVC) pour mesurer les champs de déformations à partir d'images 3D de microtomographie aux rayons X (µTRX), donnant aussi accès à la densité locale du bois.

Après une introduction sur le matériau bois et un état de l'art sur son comportement hygromécanique, une caractérisation préliminaire de la microstructure (angle des microfibrilles, largeur de cerne, densité) et du comportement hygromécanique d'échantillons de bois initial et de bois final prélevés dans différents cernes est menée. Une forte anisotropie du bois initial est mise en évidence en opposition au comportement isotrope transverse du bois final. Les déformations suivant la direction des fibres présentent aussi de fortes non-linéarités peu discutées dans la littérature. Une discussion sur la variabilité des propriétés est par ailleurs engagée, ainsi que sur les relations structure-propriétés à l'échelle macroscopique.

L'origine des différences de comportement hygromécanique entre le bois initial et le bois final est tout d'abord recherchée au niveau des mécanismes de sorption, au travers une étude de relaxométrie RMN du proton en 2D (cartes T_1-T_2). Deux types d'eau liée situés dans des environnements distincts sont mis en évidence et leur isotherme de sorption diffère dans les deux types de bois. Une hypothèse sur leur localisation dans la paroi cellulaire est proposée, puis une modélisation simplifiée 2D est effectuée pour évaluer leur impact respectif sur le comportement hygromécanique du bois initial et du bois final, en particulier dans la direction des fibres.

Enfin, les champs de déformations locaux et globaux sont étudiés en analysant par DVC des images de µTRX de bois initial et de bois final soumis à différentes sollicitations hydriques. Le couplage entre ces deux matériaux est aussi étudié pour évaluer leurs interactions et comprendre le comportement du bois à l'échelle du cerne. Un protocole de DVC adapté aux images de bois est proposé. Les comportements hygromécaniques du bois initial, du bois final et du cerne sont comparés. A l'échelle locale, des hétérogénéités du champ de déformations sont mises en évidence et corrélées à la densité locale. Leur effet sur le comportement du cerne et sur la courbure des échantillons induite par le chargement hydrique est analysé. Une modélisation 3D par éléments finis, tenant compte des gradients locaux de propriétés, vient enfin compléter cette étude pour améliorer la compréhension des interactions mécaniques entre le bois initial et le bois final.

Abstract

Wood has highly variable properties and is also hygroscopic. These characteristics may restrict its use in construction even if it can be considered as a material of choice with the current environmental and economical concerns. Therefore, it is essential to better understand the physical origins of the behavior of wood in order to improve the prediction of its properties, and making it competitive with respect to other building materials. Dimensional changes of wood appear when it is subjected to relative humidity variations. This hygromechanical behavior is particularly difficult to predict because of the multiscale structure of wood and its complex interactions with water.

In this context, the present work aims to understand and enrich relationships between microstructure, sorption properties and hygromechanical behavior of wood. More specifically, it is focused on the influence of the growth-ring heterogeneity, constituted of earlywood and latewood which have different structures and properties. The study is performed on Douglas fir (*Pseudotsuga menziesii* (Mirb.) Franco), which is a species of significant interest for structural applications. Advanced characterization tools are used: proton Nuclear Magnetic Resonance (NMR) to characterize sorption mechanisms; digital volume correlation (DVC) to measure deformation fields from X-Ray microtomography 3D images (XRµT), also providing local density of wood.

At first wood properties and its hygromechanical behavior are described through a literature overview. Preliminary microstructural (microfibril angle, growth-ring width, density) and hygromechanical behavior characterizations of earlywood and latewood samples with different cambium age are performed. Earlywood reveals a strong anisotropic behavior compared to latewood which is isotropic in the transversal plane. Moreover, strains along the fibers direction nonlinearly evolve with moisture content. This phenomenon has been hardly reported and studied in the literature. Discussions on variability of properties and on relationships between structure and properties are also initiated.

Sorption mechanisms are then studied by 2D NMR relaxometry (T_1-T_2 correlation spectra) in order to investigate differences between earlywood and latewood hygromechanical behaviors. Two types of bound water located in distinct environments are highlighted and their sorption isotherms are shown to be different in the two types of wood. A hypothesis on their location in the cell-wall is proposed and a simple 2D model is developed to evaluate their respective effect on the hygromechanical behavior of earlywood and latewood, especially in the fiber direction.

Furthermore, local and global strains fields are studied using DVC from XRµT images of earlywood and latewood subjected to relative humidity variations. The coupling of these two materials is also investigated in order to evaluate their mechanical interactions and to understand the behavior at the growth-ring scale. A specific DVC procedure is developed for images of wood. The hygromechanical behaviors of earlywood, latewood and a growth-ring are compared. At the local scale, strains fields heterogeneities are highlighted and correlated to the local density. Their effect on the growth-ring behavior and the samples curvature is analyzed. A 3D finite elements model which takes into account local gradients of properties is finally developed to better understand earlywood-latewood mechanical interactions

A André Bailly,

Mon grand-père maternel

Remerciements

Cette thèse est le fruit d'un travail réalisé au sein du Laboratoire Navier et qui n'aurait pas pu aboutir sans l'aide de nombreuses personnes que je tiens ici à remercier.

Je souhaite tout d'abord remercier l'ensemble des membres du jury d'avoir accepté d'évaluer et de s'intéresser à mon travail de thèse, en particulier Pascal Doumalin et Roger Hernández qui ont bien voulu être mes rapporteurs de thèse et qui ont parcouru mon manuscrit avec attention. Leurs questions durant la soutenance de thèse ont permis d'avoir une discussion constructive sur le sujet qui, je l'espère, pourra servir à des travaux de recherche futurs en sciences du bois ou sciences des matériaux, ainsi que, à plus long terme, à de potentielles applications.

Un grand merci à mes directeurs de thèse, Sabine Caré et Michel Bornert, qui m'ont permis de mener ce travail conséquent à leur côté, et qui m'on fait confiance dès notre rencontre. Je les remercie d'avoir proposé ce très beau sujet de thèse, alliant le matériau bois et des techniques expérimentales très sophistiquées. Ce sujet m'a immédiatement illuminé l'esprit alors que j'étais « rongée de doute » sur mon avenir, car il était en accordance avec mes aspirations scientifiques et ma volonté personnelle de travailler sur un matériau de construction respectueux de l'environnement. Merci à Sabine pour sa disponibilité tout au long de la thèse, ses encouragements dans les moments difficiles et ses idées d'expériences et d'analyses à mener qui ont permis d'avancer sur ce sujet très vaste. Merci à Michel pour les discussions sur les aspects techniques, en particulier sur la corrélation d'images volumiques et la mécanique des matériaux. Ces discussions m'ont vraiment permis d'avancer et d'avoir une réflexion beaucoup plus approfondie sur les résultats obtenus.

Je voudrais remercier par ailleurs Rebecca Alcantara et Co Dao, qui ont effectué leurs stages à mes côtés et qui ont contribué à ce travail de thèse. Merci pour leur implication dans ce travail et leur bonne humeur au quotidien !

Je n'aurais pas pu mener ce travail sans l'aide précieuse de Patrick Aimedieu avec qui j'ai mené les expériences de microtomographie aux rayons X au cours desquelles nous avons eu de longues discussions, me permettant de prendre du recul sur mon travail et d'en voir l'utilité. Merci aussi de m'avoir laissée travailler en autonomie avec le microtomographe car j'ai pu avancer efficacement sur mes expériences et apprendre à manipuler avec un outil expérimental de pointe. La partie RMN n'aurait quant à elle pas pu être réalisée sans l'aide de Denis Courtier-Murias, Stéphane Rodts, Paméla Faure et Philippe Coussot, que je tiens aussi à remercier. Merci en particulier à Denis, qui m'a épaulée pour la mise en place des expériences de RMN et pour l'analyse des données expérimentales qui ne me semblait pas évidente *a priori*, et à Stéphane Rodts, qui m'a éclairée sur les points techniques difficiles de la RMN.

De nombreuses autres personnes ont aussi permis de mener à bien ce travail. Merci à Hocine Delmi pour les découpes des éprouvettes avec la scie à fil diamanté. Merci à Camille Chateau pour ses astuces essentielles pour analyser les images très lourdes de microtomographie. Merci à Sébastien Brisard qui a réussi à donner une deuxième vie à Voxel. Merci à David Hautemayou pour la fabrication de petites pièces indispensables à mes dispositifs expérimentaux. Enfin, merci à Marie-Françoise Kaspi et Rachida Atmani pour leur aide sur tous les points administratifs, aussi bien pour organiser mes départs en conférence que ma fin de thèse.

Merci au centre de rayonnement synchrotron SOLEIL de nous avoir permis de mener des expériences de microtomographie aux rayons X sur la ligne Psiché, en particulier merci à Andrew King pour son implication dans les essais.

Enfin, je tiens à remercier tous les membres de l'équipe MSA avec qui j'ai passé trois belles années au laboratoire. Merci en particulier à Pierre et Lionel, mes co-bureaux, et aux autres doctorants et stagiaires de l'équipe, Philippe, Vianney, Xavier, Lorenzo, Bachar, Romain M., Romain D., Romain B., Nicolas L., Nicolas D., Robin, Grégoire, Leila, Deborah, Olivier, Amine, Laura et bien d'autres, pour leur bonne humeur, les pauses cafés animées, les parties de foot (ou foot-rugby), les suppléments de chocolat…

Par ailleurs, je voudrais remercier les chercheurs et doctorants de la communauté des sciences du bois, avec qui j'ai pu avoir de nombreux échanges, notamment au cours des journées scientifiques et écoles thématiques organisées par le GDR Sciences du Bois. Les rencontres avec des spécialistes du bois m'ont permis d'affiner mes connaissances sur ce matériau et de découvrir de multiples disciplines reliées à ce matériau, me donnant ainsi envie de continuer à m'y intéresser, que ce soit dans un contexte personnel ou professionnel. En particulier, merci à Joseph Gril avec qui j'ai pu avoir des discussions fructueuses sur mes résultats expérimentaux et sur la littérature, et qui nous a aidés à construire le modèle des macrofibrilles présenté dans le Chapitre 4 de ce manuscrit. Je voudrais aussi remercier Cédric Montero qui est venu nous aider pour mener les expériences de microtomographie aux rayons X et avec qui j'ai effectué les analyses de diffraction aux rayons X au cours d'une mission financée par le GDR Sciences du Bois. Nos discussions enrichissantes sur les sciences du bois et les techniques expérimentales m'ont permis d'avancer sur mon travail. Merci aussi à Julien Ruelle qui nous a fourni le matériau d'étude utilisé dans tout ce manuscrit.

J'ai été très heureuse de pouvoir m'impliquer dans le domaine des sciences du bois et de pouvoir y apporter ma petite contribution. Le bois est un matériau que je trouve passionnant à étudier de par la complexité de sa structure et de son comportement, mais aussi de par son caractère naturel, son utilisation dans des objets et monuments historiques, dans de magnifiques ouvrages d'art ou encore dans des instruments de musique. Je tiens donc à remercier les personnes qui m'ont fait découvrir ce matériau. Je pense tout d'abord à Jean Marchal, sculpteur à Sancoins, chez qui j'ai passé de très bons moments étant petite et où l'odeur du bois régnait dans son atelier. Mon frère Guillaume m'a fait découvrir de très beaux projets de construction bois actuels et m'a donné envie d'étudier ce matériau. Emeric Truchet a aussi été une source de motivation pour travailler sur le bois alors que nous étions tous les deux camarades à l'INSA. Enfin, c'est grâce à Jimmy Johansson et Dick Sandberg que j'ai pu commencer à découvrir les sciences du bois, ainsi que le monde de la recherche, au cours d'un stage à l'Université Linnæus en Suède.

Merci à mes amis, qui me donnent la joie de vivre, notamment mes amies du Berry, Mathilde, Astrid, Vivi, Irène, Marie, Cindy et bien d'autres, qui sont toujours là pour discuter et passer de bons moments, généralement autour d'un Selle-sur-Cher et d'un verre de Sancerre. Merci aussi à tous mes amis insaliens, en particulier Margaux, Ben, Julie et Lucas qui sont venus de loin pour venir assister à ma soutenance de thèse.

Merci à mes parents, qui m'ont encouragée dans les moments difficiles et qui sont toujours présents lorsque j'ai besoin d'eux alors que je ne rentre plus très souvent à Luisant pour leur rendre visite… Merci à Manou chez qui je trouve toujours la porte grande ouverte pour venir passer quelques jours, ou quelques semaines, et dont les encouragements et les bons petits plats cuisinés m'ont beaucoup aidée pour postuler à cette thèse, ainsi qu'à Blanche, ma cousine, qui m'a motivée pour postuler. Merci à mes grandes sœurs, Cécile, Armelle et Mathilde, et à mon grand frère Guillaume : leur parcours ont toujours été, et seront

toujours pour moi des exemples. Merci à mes neuf neveux et nièces qui assurent l'animation des fêtes de famille et qui m'ont permis de me changer les idées pendant la thèse.

Enfin, je remercie du fond du cœur Antonin, pour sa patience et son support, en particulier au cours de cette dernière année pour avoir supporté mes discussions focalisées sur ma thèse, pour s'être organisé à plusieurs reprises afin de me permettre de travailler à la maison et pour avoir attendu mon arrivée à Lyon un peu plus longtemps que prévu. Merci pour tous les bons moments passés ensemble, qui contribuent grandement à mon bonheur.

Sommaire

Introduction..... 21

PARTIE I – Structure, propriétés de sorption et comportement hygromécanique du matériau bois 25

Chapitre 1 - Introduction au matériau bois et état de l'art sur son comportement hygromécanique 27
1. Introduction.....27
2. Le matériau bois 27
2.1. La filière forêt-bois..... 27
2.1.1. Etat de la forêt 27
2.1.2. La ré-émergence du matériau bois 29
2.1.3. Les enjeux de la filière.....30
2.2. Un matériau naturel 31
2.2.1. Formation du bois 31
2.2.2. Fonctions du bois dans l'arbre 32
2.2.3. Variabilité du bois 32
2.3. Un matériau à structure multi-échelle et hétérogène..... 34
2.3.1. Echelle macroscopique.....35
2.3.2. Echelle des tissus.....35
2.3.3. Echelle cellulaire.....36
2.3.4. Echelle pariétale.....37
2.3.5. Echelle moléculaire 39
3. Propriétés hydriques et mécaniques du bois 41
3.1. Interactions eau-bois 41
3.1.1. Etats de l'eau dans le bois 41
3.1.2. Teneur en eau 42
3.1.3. Isotherme de sorption.....43
3.1.4. Comparaison des isothermes de sorption du bois initial et du bois final.....44
3.2. Propriétés mécaniques du bois 45
3.2.1. Anisotropie des propriétés élastiques du bois 45
3.2.2. Propriétés élastiques du bois à l'échelle macroscopique.....46
3.2.3. Propriétés élastiques des tissus bois initial-bois final 47
3.3. Comportement hygromécanique du bois..... 48
3.3.1. Comportement macroscopique 48
3.3.2. Comportement hygromécanique du bois initial et du bois final 51
4. Relations comportement hygromécanique – structure.....54
4.1. Déformations longitudinales 54
4.1.1. Historique et intérêt de leur prévision 54
4.1.2. Origine de l'instabilité longitudinale 54
4.1.3. Non-linéarité de la relation déformations longitudinales - teneur en eau.....56
4.2. Comportement hygromécanique multi-échelle dans le plan transverse 57
4.2.1. Effet des rayons ligneux 57
4.2.2. Morphologie et arrangement cellulaire 59
4.2.3. Influence de la structure pariétale 61
4.3. Interactions bois initial-bois final..... 62
4.3.1. Influence sur le comportement hygromécanique.....62
4.3.2. Caractérisation expérimentale du couplage 63
4.3.1. Modélisation du couplage du bois initial et du bois final.....64
5. Conclusion 66

Chapitre 2 - Caractérisation du comportement hygromécanique à l'échelle du cerne 69
1. Introduction 69
2. Matériau et méthodes 69
2.1. Matériau 69
2.1.1. Choix de l'essence 69
2.1.2. Prélèvements 70
2.1.3. Préparation des échantillons 72
2.1.4. Conditionnement des échantillons 73
2.2. Méthodes 74
2.2.1. Mesures macroscopiques 74
2.2.2. Isothermes de sorption 78
2.2.3. Caractérisation de la microstructure 78
2.2.4. Mesure de l'angle des microfibrilles par diffraction des rayons X 79
3. Microstructure et comportement hygromécanique du bois initial et du bois final 82
3.1. Microstructure 82
3.1.1. Densité macroscopique 82
3.1.2. Angle des microfibrilles 83
3.1.3. Relation entre l'angle des microfibrilles et la densité 83
3.1.4. Morphologie cellulaire 84
3.1.5. Synthèse 86
3.2. Propriétés de sorption d'eau 87
3.3. Comportement hygromécanique 89
3.3.1. Déformations volumiques 89
3.3.2. Déformations principales 90
4. Relations Structure-Sorption-Gonflement 95
4.1. Relations microstructure – comportement hygromécanique 95
4.1.1. Influence de la densité 95
4.1.2. Influence de l'angle des microfibrilles 96
4.2. Relation microstructure – sorption d'eau 97
4.3. Relations sorption d'eau – comportement hygromécanique 98
5. Conclusion et problématique de recherche 99

PARTIE II – Etude intra-cerne des mécanismes de sorption par ^{1}H RMN et influence sur le comportement hygromécanique 101

Chapitre 3 - Caractérisation de l'eau liée par Résonance Magnétique Nucléaire du proton 103
1. Introduction 103
2. Méthode ^{1}H RMN 103
2.1. Etat de l'art 103
2.2. ^{1}H RMN 105
2.2.1. Principe 105
2.2.2. Séquences RMN 106
2.2.3. Analyse des données RMN par 2D-ILT 109
2.3. Protocole expérimental 110
2.4. Analyse d'erreur 113
2.4.1. Sources d'erreur 113
2.4.2. Incertitudes sur la teneur en eau 113
2.4.3. Incertitudes sur les valeurs de T_1 et T_2 114
2.4.4. Synthèse des incertitudes 115
2.5. Analyse des isothermes de sorption 115
3. Résultats et discussions 116

3.1. Validation des mesures de RMN 116
3.2. Spectres de corrélation T_1-T_2 116
3.3. Evolution des valeurs de T_1 and T_2 avec l'humidité relative 119
3.4. Isothermes de sorption 120
3.4.1. Détermination des isothermes de sorption 120
3.4.2. Isothermes de sorption des deux types d'eau liée 120
3.4.3. Quantification des isothermes de sorption par la théorie de Dent 121
3.4.4. Comparaison des isothermes de sorption du bois initial et du bois final 122
3.4.5. Proportion des types d'eau liée 122
4. Conclusion 123

Chapitre 4 – Prévision du comportement hygromécanique à partir d'un modèle de l'ultrastructure 125
1. Introduction 125
2. Localisation de l'eau liée dans la structure subpariétale 125
2.1. Modèle de l'ultrastructure (paroi S2) 125
2.2. Hypothèse sur la localisation de l'eau liée 127
3. Modélisation du comportement hygromécanique du bois initial et du bois final à partir de l'échelle des macrofibrilles 128
3.1. Description du modèle 128
3.1.1. Echelle de la paroi cellulaire S2 dans le repère des macrofibrilles 128
3.1.2. Déformations hygromécaniques de la paroi cellulaire S2 dans le repère lié aux macrofibrilles 133
3.1.3. Echelle de la paroi cellulaire S2 dans le repère des trachéides 134
3.1.4. Echelle du bois initial et du bois final 135
3.2. Résultats et discussion 136
3.2.1. Paramètres du modèle 136
3.2.2. Confrontation modèle – expérience 136
3.2.3. Saturation des déformations longitudinales du bois initial 138
3.2.4. Influence de l'angle des microfibrilles 140
3.2.5. Regard sur les hypothèses et limites du modèle 141
4. Conclusion 142

PARTIE III – Analyse locale du comportement hygromécanique intra-cerne par microtomographie aux rayons X et corrélation d'images volumiques 143

Chapitre 5 - Analyse d'essais hygromécaniques du bois sous microtomographie aux rayons X par corrélation d'images volumiques. Démarche et méthode. 145
1. Introduction 145
2. Microtomographie aux rayons X 146
2.1. Principe 146
2.1.1. Principe général 146
2.1.2. Reconstruction 148
2.1.3. Artefacts 148
2.1.4. Essais *in-situ* 148
2.2. Protocole expérimental 148
2.2.1. Déroulement de l'expérience 148
2.2.2. Protocole d'acquisition d'images 151
2.2.3. Paramètres de reconstruction 151
2.3. Analyse qualitative des images 152
3. Corrélation d'images volumiques 154
3.1. Principe 154
3.1.1. Principe général 154

3.1.2. Coefficient de corrélation 156
3.1.3. Procédure de recherche des points 157
3.1.4. Marquage du matériau 158
3.1.5. Estimation des erreurs 159
3.2. Mise en place d'un protocole de DVC adapté au matériau bois 161
3.2.1. Critères sur le coefficient de corrélation 161
3.2.2. Définition d'un critère local 162
3.2.3. Discrimination des points de corrélation 163
3.2.4. Intégration du critère local dans la procédure de DVC 164
3.3. Protocole expérimental de corrélation d'images volumiques 165
3.3.1. Détermination des paramètres de corrélation 165
3.3.2. Procédure générale 168
3.3.3. Erreurs 170
3.3.4. Post-traitement des mesures 170
4. Calcul des déformations 171
4.1. Déformations à plusieurs échelles 171
4.2. Incertitudes de mesure 172
4.2.1. Incertitudes liées à la DVC 172
4.2.2. Incertitudes liées à la géométrie du microtomographe 174
5. Conclusion 174

Chapitre 6 – Etude multi-échelle du comportement hygromécanique 177
1. Introduction 177
2. Analyse à l'échelle globale 177
2.1. Rappel du cycle de sorption 177
2.2. Validation des mesures DVC par confrontation aux mesures globales 178
2.3. Comportement hygromécanique 180
2.4. Relations déformations - teneur en eau 181
3. Analyse à l'échelle locale 185
3.1. Déformations transversales 186
3.2. Déformations radiales 187
3.3. Déformations tangentielles 187
4. Analyse quantitative des hétérogénéités 188
4.1. Hétérogénéité radiale 188
4.1.1. Analyse entre 2 et 97% HR 189
4.1.2. Evolution avec la teneur en eau 191
4.2. Hétérogénéité tangentielle 196
4.2.1. Analyse entre 2 et 97% HR 196
4.2.2. Evolution avec la teneur en eau 197
5. Conclusion 200

Chapitre 7 – Hétérogénéité de la densité et impact sur le comportement hygromécanique 201
1. Introduction 201
2. Mesure de la densité locale 201
2.1. Profils radiaux des niveaux de gris 202
2.2. Calibration des niveaux de gris 203
2.3. Positionnement radial des échantillons à partir des niveaux de gris 205
2.4. Relation niveaux de gris - densité 206
3. Influence de la densité sur le comportement hygromécanique 208
3.1. Evolution de la densité dans les échantillons 208
3.2. Comparaison des profils de déformations et de densité 208

3.3. Relations densité – déformations 211
3.4. Evolution avec la teneur en eau 213
4. Couplage du bois initial et du bois final 215
4.1. Comparaison des comportements isolés et couplés 215
4.1.1. Analyse à l'échelle macroscopique 215
4.1.2. Analyse à l'échelle locale 216
5. Courbure des échantillons 220
5.1.1. Mise en évidence de la courbure 220
5.1.2. Calcul de la variation de courbure 221
5.1.3. Résultats 223
6. Conclusion 225

Chapitre 8 – Modélisation du comportement hygromécanique à l'échelle du cerne 227
1. Introduction 227
2. Description du modèle 227
2.1. Formulation du problème hygromécanique 227
2.2. Procédure de modélisation 229
2.3. Données d'entrée du modèle 230
2.3.1. Tenseur des coefficients de gonflement 231
2.3.2. Tenseur de rigidité 234
3. Analyse à l'échelle locale 236
3.1. Champs de déformation hygromécanique 236
3.2. Champs de contrainte mécanique 237
4. Interactions intra-cerne 238
4.1. Comparaison des déformations hydriques et hygromécaniques 239
4.2. Quantification des interactions 242
4.3. Confrontation avec l'expérience 243
4.3.1. Allures des profils radiaux 243
4.3.2. Influence des propriétés élastiques 245
5. Conclusion 246

Conclusion et perspectives 249

Références 255

Annexe A – Comparaison de l'angle des microfibrilles des parois radiales et tangentielles 265

Annexe B – Démonstration du critère local sur le coefficient de corrélation 266

Annexe C – Evolution des profils de déformations avec la teneur en eau au cours de la désorption 270

Annexe D – Procédure pour l'étude de l'influence des rayons ligneux 272

Introduction

Ressource présente sur une grande partie du territoire terrestre, le bois a été un des premiers matériaux à être utilisé dans les constructions. Mis de côté à partir de la Révolution Industrielle, il redevient aujourd'hui un matériau d'intérêt dont les atouts sont redécouverts, car ils répondent particulièrement bien aux enjeux environnementaux et sociétaux actuels. Sur le plan technique, le développement et la mise sur le marché de nouveaux produits performants dérivés du bois offrent de nouvelles possibilités dans le domaine de la construction bois.

Issu du monde du vivant, le bois se distingue des autres matériaux de construction par la grande variabilité de ses propriétés. Cette caractéristique est un frein dans notre société industrielle, et l'amélioration de la prévision de ses propriétés semble essentielle pour la conception et la mise en œuvre de nouveaux produits, ainsi que pour adapter l'usage des sciages à leurs propriétés effectives. La structure multi-échelle et anisotrope du bois et ses interactions complexes avec l'environnement rendent cette prévision difficile, nécessitant une compréhension approfondie de son comportement et de ses réponses à des sollicitations mécaniques et environnementales.

Le bois est un matériau sensible à l'humidité du fait de son caractère hygroscopique. En particulier, lorsqu'il est soumis à des variations d'humidité relative, le bois gonfle (humidification) ou se rétracte (séchage) de manière anisotrope. Bien que le comportement hygromécanique (au sens des déformations induites par un chargement hydrique) du bois ait été, depuis longtemps, le sujet de nombreux travaux de recherche, les mécanismes qui le régissent ne sont pas encore bien compris, que ce soit en termes d'interactions mécaniques ou de mécanismes de sorption d'eau, limitant ainsi sa prévision. Les enjeux encore existants sur cette problématique en font un sujet de recherche qui est toujours d'actualité.

A l'échelle du cerne, le bois est un matériau très hétérogène, constitué de bois initial et de bois final dont la structure et les propriétés sont très différentes, ainsi que leur comportement hygromécanique. La prise en compte de cette hétérogénéité semble donc essentielle pour comprendre et prévoir le comportement du bois à l'échelle macroscopique. L'origine des différences de comportement hygromécanique entre ces deux tissus, résultant d'interactions mécaniques et de mécanismes de sorption, ainsi que leur impact aux échelles supérieures, sont encore des sujets à débat. **Ainsi, ce travail vise à comprendre et enrichir les relations entre la microstructure du bois, ses propriétés de sorption et son comportement hygromécanique en mettant en évidence l'influence de l'hétérogénéité au sein du cerne. Plus précisemment, il a pour objectif de comprendre comment les mécanismes de sorption et la structure du bois initial et du bois final influencent leur comportement hygromécanique, et comment le composite constitué de bois initial et de bois final se comporte.**

Les études utilisant une approche statistique sont nombreuses et ont permis d'établir des relations générales entre la structure du bois et ses propriétés. Cependant, la grande variabilité du bois ne permet pas, avec une telle approche, d'obtenir des relations suffisamment précises pour comprendre tous les mécanismes mis en jeu et assurer une prévision fine du comportement hygromécanique. Une approche plus déterministe se développe depuis plusieurs années et consiste à caractériser la structure et les propriétés d'un même matériau pour s'affranchir au maximum de la variabilité. Une telle approche est adoptée dans cette thèse, en portant une attention particulière sur l'échantillonnage pour limiter la variabilité entre les échantillons et pouvoir établir des relations fines

entre la structure et les propriétés du bois à l'échelle du cerne. Une caractérisation à la fois de la structure, des propriétés de sorption et du comportement hygromécanique est ainsi envisagée sur les mêmes échantillons.

Pour prendre en compte la structure multi-échelle et hétérogène du bois, mais aussi pour effectuer une caractérisation expérimentale complète, sur les plans microstructure, mécanismes de sorption et comportement hygromécanique, des outils de caractérisation et des méthodes de mesure avancés sont utilisés dans ce travail de thèse. Les mécanismes de sorption sont caractérisés au moyen de la technique de Résonance Magnétique Nucléaire du proton. La corrélation d'images volumiques est quant à elle utilisée pour mesurer les déformations locales et globales du bois à partir d'images de microtomographie aux rayons X, donnant aussi accès à la densité locale du bois.

Ce travail est composé de huit chapitres, regroupés en trois parties, les parties 2 et 3 pouvant être abordées de manière indépendante.

Partie I – Structure, propriétés de sorption et comportement hygromécanique du matériau bois

Les caractéristiques spécifiques du matériau bois ont été à l'origine d'un domaine de recherche qui lui est propre, les sciences du bois, et qui regroupent des sujets interdisciplinaires. Ce mémoire commence donc par un chapitre bibliographique qui présente le matériau bois et permet d'introduire sa structure multi-échelle et ses propriétés, qui sont essentielles à garder à l'esprit pour comprendre à la fois la démarche de la thèse et les interprétations proposées. Les questions scientifiques encore ouvertes concernant le comportement hygromécanique du bois sont ensuite mises en lumière au travers d'un état de l'art, montrant en particulier le besoin d'approfondir la compréhension des différences de comportements qui existent entre le bois initial et le bois final, ainsi que leurs interactions au sein du cerne.

Une mise en évidence, par l'expérience, des différences de structure et de comportement hygromécanique entre le bois initial et le bois final est par la suite proposée dans le Chapitre 2. Les expériences sont menées avec des outils classiques, autorisant des mesures globales (pesées pour les isothermes de sorption et comparateur pour les déformations hygromécaniques). L'effet de la variabilité des propriétés au sein d'un arbre est évalué en menant cette étude sur des échantillons prélevés dans différents accroissements annuels d'un barreau de Douglas (*Pseudotsuga menziesii* (Mirb.) Franco) choisi pour mener l'ensemble de l'étude. Les relations entre la structure et les propriétés, ainsi que l'évolution du comportement hygromécanique avec la teneur en eau, sont étudiées. Malgré des tendances globales intéressantes, une analyse plus fine des mécanismes de sorption et de déformation à l'échelle intra-cerne est nécessaire et justifie la suite du travail.

Partie II – Etude intra-cerne des mécanismes de sorption par ^{1}H RMN et influence sur le comportement hygromécanique

Dans le Chapitre 3, une caractérisation des mécanismes et des propriétés de sorption du bois initial et du bois final est menée dans tout le domaine hygroscopique avec la technique de Résonance Magnétique Nucléaire du proton. La relaxation du proton dans les deux tissus est étudiée au moyen de spectres de corrélation T_1-T_2 qui permettent de caractériser les propriétés de sorption de l'eau dans le bois, en particulier par la mise en place d'un protocole expérimental permettant d'obtenir des isothermes de sorption.

Une hypothèse sur la localisation de l'eau dans la paroi cellulaire est proposée dans le Chapitre 4 en utilisant les résultats de l'expérience de relaxométrie du proton. L'impact des propriétés de sorption sur le comportement hygromécanique, en particulier dans la direction longitudinale, est ensuite évalué en mettant au point un modèle simplifié à l'échelle de l'ultrastructure du bois.

Partie III – Analyse locale du comportement hygromécanique intra-cerne par microtomographie aux rayons X et corrélation d'images volumiques

L'analyse du comportement hygromécanique du bois est ensuite approfondie au moyen des techniques de microtomographie aux rayons X et de corrélation d'images volumiques dans la perspective de comprendre les mécanismes de déformation du bois initial et du bois final, ainsi que le couplage entre ces deux tissus en étudiant le comportement d'un cerne. Le Chapitre 5 vise tout d'abord à présenter ces deux techniques avancées ainsi que la démarche qui a été mise en place pour réussir à mesurer les déformations hygromécaniques locales et globales, malgré les difficultés induites par les images de microtomographie aux rayons X du bois.

La caractérisation multi-échelle du comportement hygromécanique du bois initial, du bois final et du cerne dans tout le domaine hygroscopique est effectuée dans le Chapitre 6 en utilisant la méthode mise en place dans le chapitre précédent. Le comportement global des échantillons est tout d'abord analysé et permet de confirmer les différences entre le bois initial et le bois final observées dans le Chapitre 2. L'analyse à l'échelle locale permet quant à elle de mettre en évidence la présence d'hétérogénéités des champs de déformation au sein des échantillons. Ces hétérogénéités sont alors quantifiées par la mesure de déformations à des échelles intermédiaires, et des hypothèses sont proposées quant à leur origine.

Dans le Chapitre 7, une analyse des relations densité-déformations à l'échelle locale est menée, permettant aussi d'évaluer les éventuelles interactions mécaniques qui sont présentes au sein du cerne lorsqu'il est soumis à des variations hydriques. La méthode utilisée pour mesurer la densité locale à partir des images de microtomographie aux rayons X est présentée. Des relations étroites entre la densité et les déformations sont ensuite établies. Les interactions mécaniques au sein du cerne sont ensuite mises en évidence en comparant les comportements locaux du bois initial et du bois final isolés avec celui du cerne, qui correspond à une configuration couplée.

Pour mieux comprendre les observations expérimentales concernant les interactions mécaniques au sein du cerne, un modèle par éléments finis prenant en compte les gradients locaux de propriétés du cerne est développé dans le Chapitre 8. Ce modèle est alimenté avec des données expérimentales mesurées dans les Chapitres précédents. Une étude quantitative des interactions mécaniques au sein du cerne est alors effectuée, et les résultats du modèle sont confrontés aux résultats expérimentaux.

Enfin, une synthèse de ce travail et un ensemble de perspectives sont proposés à la fin de ce mémoire.

PARTIE I – Structure, propriétés de sorption et comportement hygromécanique du matériau bois

Chapitre 1 - Introduction au matériau bois et état de l'art sur son comportement hygromécanique

1. Introduction

La ré-émergence de l'utilisation du matériau bois dans le domaine de la construction est fortement liée à la capacité de proposer un matériau performant, par rapport aux autres matériaux de construction, et dont on pourra assurer une bonne maitrise de ses propriétés. Ce chapitre a pour ambition de faire un état de l'art sur ce matériau et sur son comportement hygromécanique (au sens des déformations induites par un chargement hydrique) qui est plus spécifiquement abordé dans le cadre de ce travail de thèse.

Après une présentation du contexte historique du bois en tant que matériau de construction, les notions nécessaires sur sa structure et ses propriétés sont introduites pour comprendre la suite de la thèse et la complexité qui se cache derrière le comportement hygromécanique du bois. Un état de l'art sur la recherche concernant ce sujet est ensuite proposé, mettant en évidence les questions scientifiques qui ne sont pas encore résolues et la nécessité d'un travail à l'échelle du cerne. Enfin, une littérature spécifique à cette échelle, notamment sur la comparaison du bois initial et du bois final, est présentée.

Cette revue bibliographique aborde les questions de la variabilité inter-essences ou intra-essences des propriétés du matériau bois, de l'influence de la densité sur les propriétés du bois, de la linéarité des déformations avec la teneur en eau, ainsi que de la problématique des interactions mécaniques. La revue proposée dépasse le cadre strict de ce travail de thèse (notamment avec un état de l'art sur les problématiques de la filière forêt-bois et la question de l'origine de l'anisotropie dans le plan transverse), mais permet de mettre en exergue toute la complexité du matériau bois, ainsi que les questions posées et les démarches mises en œuvre pour y répondre.

2. Le matériau bois

2.1. La filière forêt-bois

2.1.1. Etat de la forêt

Le bois est un produit que nous offrent les forêts. Avant d'analyser quels sont nos besoins en termes de matériau bois, il est essentiel de s'assurer que l'état de la forêt est apte à fournir cette ressource.

Malgré la déforestation globale dans le monde, l'évolution du taux de boisement dépend fortement des régions. La répartition du taux de boisement mondial en 2010 est représentée dans la Figure 1.1. Une diminution des surfaces forestières a surtout eu lieu ces dernières décennies en Amérique du Sud

et en Afrique, alors qu'en Europe, en Asie et en Amérique du Nord, le taux de boisement est resté stable ou a augmenté (progression de 1,2% en Europe entre 1990 et 2005) [1]. L'importance du bois dans la vie humaine est très bien illustrée par le volume mondial de bois ronds produit en 2015 de 3714 millions de m^3 [2]. Ce matériau est à la fois une source d'énergie, de matériaux de construction, de matière pour les œuvres d'art et les instruments de musique, un outil de communication à travers le papier…

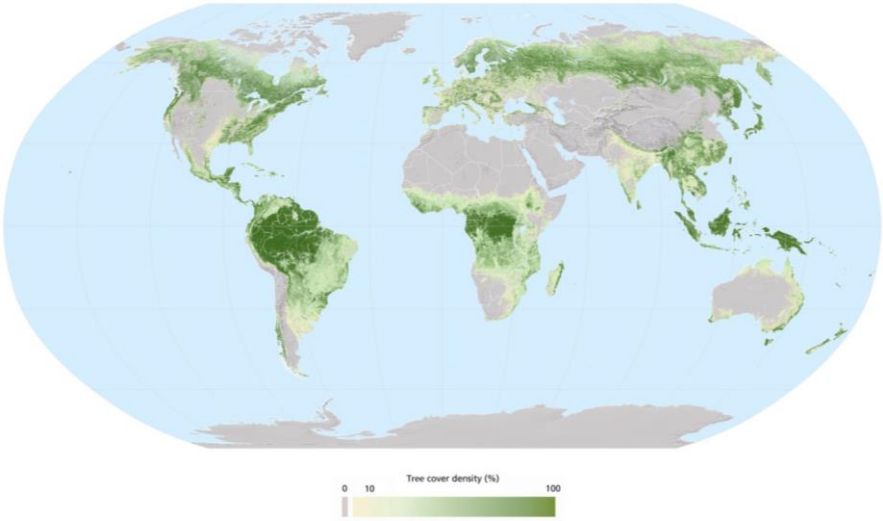


Figure 1.1 – Répartition de la ressource forestière dans le monde en 2010 (source : FAO).

En France, le taux de boisement augmente. Entre 2006 et 2014, les volumes de bois sur pied prélevés ont représenté en moyenne seulement 54% de la production biologique nette (mortalité soustraite) qui était alors de 82,9 millions de m^3/an [3]. La ressource forestière est principalement concentrée au sud et à l'est de la France (Figure 1.2). Avec 16,7 millions d'hectares, la surface forestière française est la 4ème plus grande de l'Union Européenne, après la Suède, l'Espagne et la Finlande. 64% des essences sont des feuillus, dont une grande majorité de chênes, ce qui fait de la France la plus grande surface européenne de feuillus. Les résineux restent toutefois plus utilisés que les feuillus dans le domaine de la construction. Ainsi, la ressource forestière est largement disponible en France et peut être exploitée de manière plus importante, avec une gestion durable.

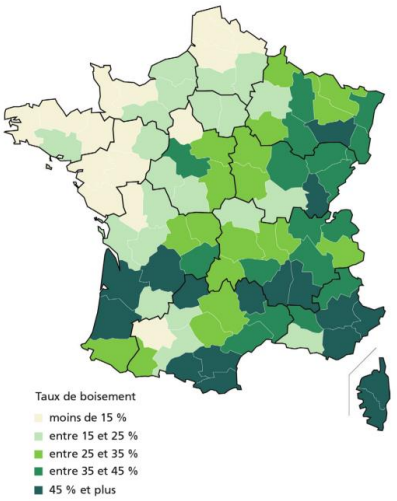


Figure 1.2 – Répartition de la ressource forestière en France en 2016 [3].

2.1.2. La ré-émergence du matériau bois

La disponibilité de la ressource forestière a fait du bois un des matériaux de construction les plus anciens, déjà utilisé dans les huttes du paléolithique entre -35000 et -9000 av. JC [4]. L'évolution des techniques de sa mise en œuvre, sous forme d'assemblages de poteaux et poutres ou de bois empilés, ainsi que leur diversité à travers le monde a permis de construire de nombreux édifices, depuis les bâtiments agricoles jusqu'aux ouvrages d'art. Utilisable en tant que matériau de structure, il a aussi été mis à profit pour de nombreux autres éléments de la construction : parquets, tavillons (tuiles en bois), menuiseries… Le bois était donc un matériau majeur pour la construction, sans oublier ses nombreux autres usages dans des domaines très variés tels que la lutherie, la construction navale ou l'industrie du papier.

L'utilisation du bois dans la construction a diminué fortement avec la Révolution Industrielle, à partir de la fin du XVIII^{ème} siècle. La surexploitation des forêts pour alimenter l'industrie en énergie ainsi que les défrichements pour augmenter la surface des terres agricoles ont entrainé une baisse de la ressource disponible. L'essor de nouveaux matériaux de construction tels que l'acier et le béton a peu à peu remplacé le bois et s'est accompagné d'une perte des savoir-faire et de la main-d'œuvre qualifiée [5].

A partir des années 1960, le bois est réapparu dans la construction, favorisé par l'émergence de nouveaux produits à base de bois dont la fabrication a été rendue possible grâce à l'amélioration des techniques d'usinage, de séchage et de collage [5]. Quelques architectes se sont par ailleurs lancés dans la construction bois, contribuant ainsi à sa valorisation.

La prise de conscience des enjeux environnementaux dans les années 1990 a résulté en la création de critères de développement durable dans le domaine de la construction qui consomme environ 40% de l'énergie et émet 30% des gaz à effet de serre [4]. L'impact environnemental d'un matériau de construction doit considérer l'ensemble des étapes de son cycle de vie : fabrication, transport, mise en œuvre, vie en œuvre et fin de vie [4]. Le bois est alors redevenu naturellement un matériau à fort potentiel pour la construction du fait de ses atouts environnementaux. L'utilisation du bois dans les structures permet tout d'abord de stocker du carbone sous forme de matière ligno-cellulosique. L'absence de gestion d'une forêt résulterait en un bilan carbone nul à cause de la décomposition des arbres morts. Le bois est en outre un matériau renouvelable et les coûts énergétiques de sa transformation sont faibles par rapport à la plupart des autres matériaux de construction. A ces avantages souvent cités pourrait être ajoutée la répartition de la ressource forestière sur les territoires, adaptée à un approvisionnement local du matériau.

Outre ces atouts environnementaux, l'utilisation du bois a aussi un impact positif sur le plan socio-économique. En effet, la filière forêt-bois est un secteur économique essentiel en France, 14ème filière stratégique qui emploie une main d'œuvre nombreuse, avec 440 000 emplois [6]. Les acteurs de cette filière sont très diversifiés ; en amont, les sylviculteurs, gestionnaires forestiers, bûcherons, entreprises de travaux forestiers, négociants, scieurs ; en aval les menuisiers, charpentiers, luthiers, sculpteurs ; sans compter toutes les administrations associées, les formations universitaires et la recherche.

Enfin, les caractéristiques techniques du bois sont incontestables et n'ont rien à envier aux autres matériaux. Son module spécifique (rapport module d'élasticité-densité) dans la direction des fibres est élevé et proche de celui des matériaux composites (Figure 1.3). Par ailleurs, le bois est un bon isolant thermique (0,023 $W.m^{-1}.K^{-1}$) car sa porosité est élevée [1]. Il est aussi un bon régulateur d'humidité car il s'équilibre avec l'humidité relative de l'air et a une bonne résistance à la fatigue [7]. D'un point de vue applications, le bois est un matériau facile à mettre en œuvre. Les matériaux de construction à

base de bois tels que le CLT (Cross-Laminated Timber) peuvent par ailleurs être préfabriqués ce qui permet de réduire la durée de mise en œuvre sur le chantier. Finalement, le bois donne un effet psychosensoriel de chaleur et la demande sociale pour utiliser ce matériau « naturel et authentique » dans la construction augmente [4].

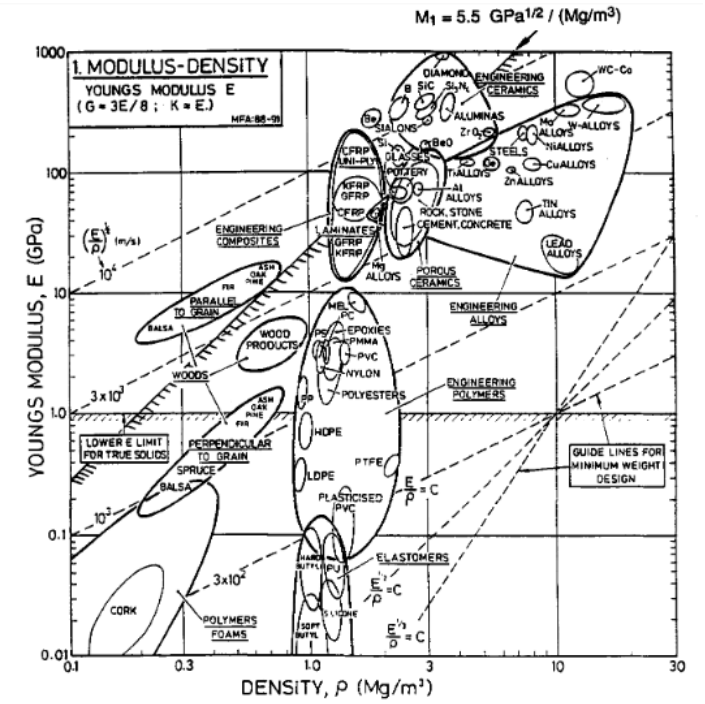


Figure 1.3 – Carte de sélection des matériaux à partir du rapport module d'élasticité-densité [8].

2.1.3. Les enjeux de la filière

Un premier enjeu de la filière forêt-bois en France est l'approvisionnement en bois à travers la structuration de la filière [6]. La forêt française privée est morcelée en 4 millions de propriétés dont environ 95% ont une surface inférieure à 10 ha [9]. La mobilisation du bois est donc difficile et l'approvisionnement des scieries est peu sécurisé. De plus, une telle fragmentation est sans doute un frein à la mécanisation. Le tissu de l'industrie du bois est principalement constitué de petites et moyennes entreprises dont la taille est bien inférieure à celle des pays du nord de l'Europe.

Un second enjeu proposé dans le programme national de la forêt et du bois est de développer les synergies entre les multiples fonctions de la forêt et l'industrie du bois [6]. En effet, la forêt n'a pas pour seul objectif l'approvisionnement en bois. Elle est aussi un lieu de biodiversité, de protection des sols, de stockage de carbone, de ressources alimentaires (gibier, fruits), de détente… [9] Ces fonctions doivent coexister avec l'approvisionnement en bois pour l'industrie. La variabilité du bois intra-essences et la diversité des essences ne peuvent donc être exclues de cette industrie.

Cependant, la variabilité est le frein majeur de l'utilisation du bois dans l'industrie [7] où l'automatisation est de plus en plus présente. Cette caractéristique est particulièrement forte en France où, comparée aux autres pays d'Europe, la diversité des essences est importante (136 essences dont une faible proportion est dédiée à l'industrie). Le classement des sciages est par exemple un enjeu fondamental et nécessite une caractérisation fine des défauts (nœuds) et de la structure du bois, ainsi que des outils performants de prévision des propriétés. En ce qui concerne les produits dérivés du bois, de leur conception à leur mise en œuvre, il est nécessaire de bien appréhender les relations entre la structure et les propriétés du bois. Cet enjeu permet ainsi « d'utiliser le bon bois au bon endroit » [7].

Les nombreux travaux de recherche qui sont apparus depuis des décennies et qui continuent encore d'apparaître illustrent parfaitement la difficulté qui réside dans ce sujet. Bien qu'utilisé depuis des milliers d'années, les propriétés du bois restent encore relativement peu connues et peu comprises [10]. Par ailleurs, dans un contexte réglementaire de plus en plus exigeant avec des projets de construction de plus en plus ambitieux, ce besoin d'approfondir les connaissances autour des propriétés du bois est une nécessité.

2.2. Un matériau naturel

2.2.1. Formation du bois

Origine de la matière

La matière qui constitue l'arbre est fabriquée à partir de molécules de glucose issues du mécanisme de photosynthèse. La sève brute, puisée au niveau des racines, monte jusqu'aux feuilles grâce aux mécanismes de transpiration. Elle circule dans les cellules de bois dédiées à cette fonction. La réaction de photosynthèse a lieu au niveau des feuilles et est décrite par l'équation suivante :

$$6CO_2 + 6H_2O \xrightarrow[\text{énergie solaire}]{} C_6H_{12}O_6 + 6O_2 \tag{1.1}$$

Processus de croissance et de maturation

L'arbre croît en hauteur et en largeur. Dans les régions tempérées, la croissance a lieu au printemps et en été, et s'arrête en automne et en hiver. Son processus de croissance peut être illustré par la superposition de cônes d'années en années. Il est à l'origine de la structure cylindrique du tronc (géométrie idéale) dont les directions d'anisotropie sont les directions radiale (R), tangentielle (T) et longitudinale (L) (Figure 1.4).

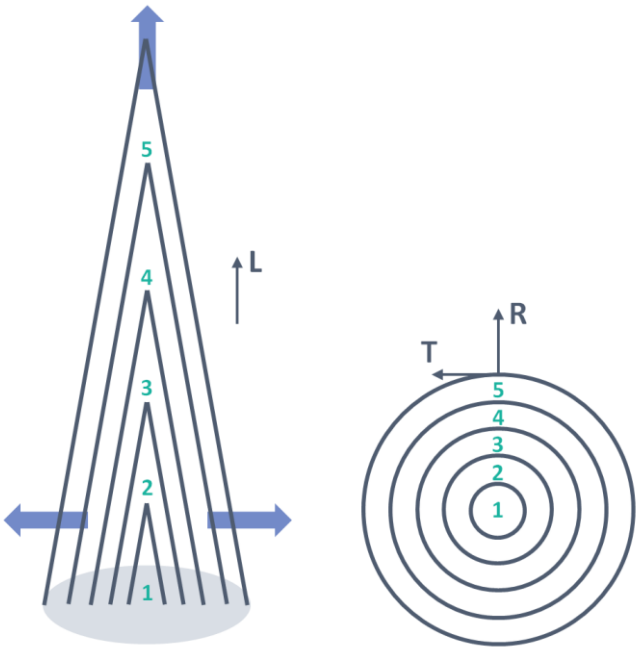


Figure 1.4 – Schéma illustrant le processus de croissance d'un arbre. Gauche : Croissance en largeur et en hauteur. Droite : coupe transversale du tronc.

La croissance en hauteur est assurée par les méristèmes primaires, situés dans les bourgeons qui se trouvent aux extrémités des tiges de l'arbre.

La croissance en largeur est assurée quant à elle par le cambium, fine couche de cellules de méristème secondaire disposée entre le bois et l'écorce, et initialement formée par les méristèmes primaires. Les cellules cambiales forment, par divisions cellulaires périclines, les cellules de liber (écorce interne) vers l'extérieur, et les cellules de bois vers l'intérieur. Ce processus explique l'alignement des cellules de bois dans la direction radiale. Les cellules cambiales fusiformes assurent la formation de cellules de bois allongées dans la direction longitudinale tandis que les cellules initiales de rayons assurent la formation de cellules allongées dans la direction radiale. L'augmentation du périmètre du cambium a lieu grâce à des divisions anticlines qui permet la création de deux cellules filles alignées dans la direction tangentielle.

Une fois que la division cellulaire a eu lieu, les cellules filles qui se situent aux extrémités du cambium se différentient : la cellule atteint sa taille finale, sa paroi cellulaire se développe et, si la cellule n'est pas une cellule de parenchyme, elle perd son contenu cellulaire et devient donc une cellule morte. Pendant la phase de maturation (phase de lignification), les parois cellulaires s'épaississent.

2.2.2. Fonctions du bois dans l'arbre

Le bois est une partie de l'arbre dont les fonctions sont de conduire la sève brute, d'assurer le maintien mécanique de l'arbre et de stocker des nutriments [11]. La sève brute, mélange d'eau et de minéraux prélevés dans le sol, doit circuler des racines jusqu'aux feuilles afin de donner lieu au mécanisme de la photosynthèse. La forte porosité tubulaire de la structure du bois permet ce transport vertical de grande hauteur. Par ailleurs, pour permettre son développement et sa survie, la stratégie de l'arbre est de croître en hauteur afin d'accéder à la lumière. Le maintien mécanique de cette structure verticale et la résistance aux sollicitations mécaniques telles que le vent sont assurés par la structure multi-échelle et anisotrope du bois. Enfin, grâce à ses cellules de parenchyme, le bois permet de stocker des réserves nutritionnelles, nécessaires pour le métabolisme de l'arbre.

2.2.3. Variabilité du bois

La structure et la composition chimique du bois sont l'expression du patrimoine génétique de l'arbre et de ses conditions de croissance [7], à l'origine de la très large et riche diversité des bois ou de la très forte variabilité des propriétés du bois, formule qui varie selon les applications du matériau bois.

Différents niveaux de variabilité existent :

- la diversité des essences (Figure 1.5)
- la variabilité inter-arbres
- la variabilité intra-arbre

Chaque essence possède ses propres caractéristiques liées à sa stratégie de croissance. Ce niveau de variabilité résulte uniquement du patrimoine génétique. Deux groupes d'essences dominants présentent des différences marquées : les résineux, essences gymnospermes (graines nues), et les feuillus, essences angiospermes (graines protégées).



Figure 1.5 – Echantillonnage succinct d'essences d'arbres feuillus et résineux des régions tempérées. Herbier réalisé avec des prélèvements dans les départements du Cher et du Loiret.

Au sein d'un groupe d'arbres d'une même essence, les propriétés du bois varient car le patrimoine génétique est propre à chaque arbre et son milieu de croissance lui est spécifique. Les caractéristiques du bois dépendent ainsi de facteurs environnementaux tels que le climat, la luminosité, la composition du sol, les pratiques sylvicoles ou encore les peuplements forestiers avoisinants. Ce niveau de variabilité est ainsi une image de la variation spatiale des facteurs environnementaux.

Le dernier niveau de variabilité est issu de la variation temporelle de ces facteurs qui induit une dépendance des propriétés du bois à la position intra-arbre (Figure 1.6). Pendant sa croissance, l'arbre adapte continuellement sa structure à son milieu. Les caractéristiques du bois dépendent ainsi de la période de sa formation. Le rythme des saisons est inscrit dans l'alternance de bois initial et de bois final, tandis que les variations annuelles des facteurs environnementaux sont marquées à travers la variabilité inter-cernes. A une plus grande échelle de temps, les propriétés se distinguent entre le bois juvénile, formé pendant les premières années de la tige, et le bois mature, qui succède au bois juvénile, révélant la différence de stratégie de croissance selon l'âge de la tige [11]. De même, des différences de propriétés sont présentes entre l'aubier, dont les cellules de parenchyme sont encore vivantes quand l'arbre est sur pied, et le duramen, dont les cellules de parenchyme sont mortes. En particulier, si l'arbre est à aubier différencié, un processus de duraminisation modifie la composition chimique du duramen (et souvent sa couleur). Enfin, pour contrôler sa posture, l'arbre peut développer du bois de réaction dont la structure n'est pas la même que celle du bois normal. Les feuillus fabriquent du bois de tension sur la face externe à la courbure, alors que les résineux fabriquent du bois de compression sur la face interne. Ainsi, le bois est une empreinte de l'évolution du milieu de croissance de l'arbre.

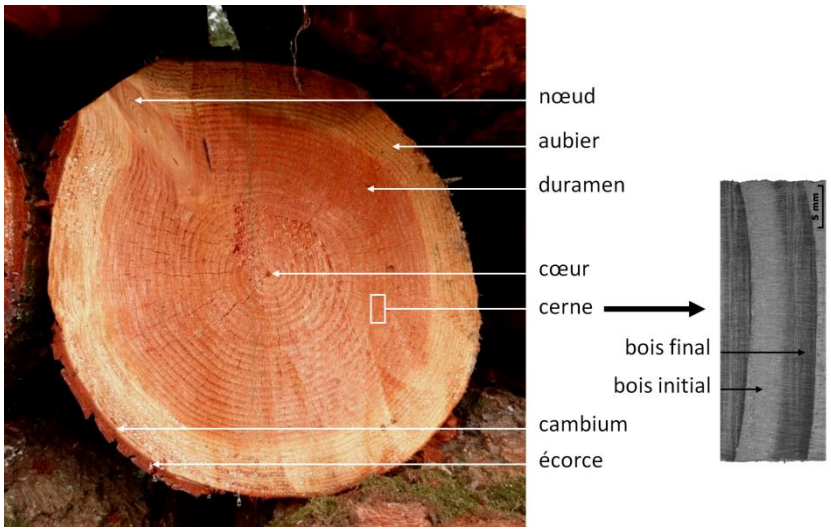


Figure 1.6 – Hétérogénéité du bois à l'échelle macroscopique et l'échelle des tissus (essence : Douglas).

2.3. Un matériau à structure multi-échelle et hétérogène

La structure et la composition chimique du bois sont optimisées pour répondre aux fonctions du bois dans l'arbre. Ainsi, comme beaucoup d'autres matériaux naturels, le bois est un matériau multi-échelle et hétérogène (Figure 1.7). Les propriétés physiques et mécaniques du bois découlent directement de sa microstructure et de sa composition chimique. Leur connaissance est donc primordiale pour comprendre les mécanismes qui permettent au bois de répondre aux fonctions de l'arbre, ainsi que pour comprendre et prévoir le comportement du bois en tant que matériau. La description des échelles de la structure du bois est ici limitée aux essences de bois résineux qui sont l'objet de cette thèse.

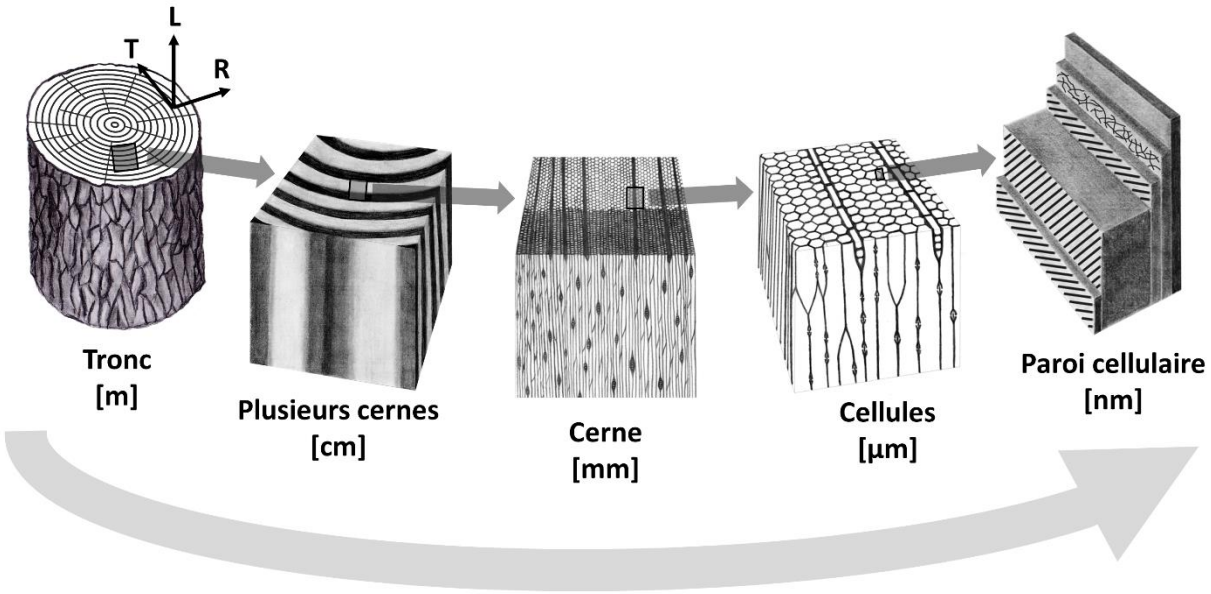


Figure 1.7 – Structure multi-échelle du bois.

2.3.1. Echelle macroscopique

Le bois d'œuvre est issu du tronc de l'arbre, où les défauts sont les moins nombreux et le diamètre de l'arbre est le plus grand. La grume, tronc de l'arbre une fois abattu, est un matériau, dans le cas idéal, de géométrie cylindrique, décrit par les trois directions principales R, T et L. Les trois plans définis par ces directions, radial-tangentiel (RT) ou plan transverse, longitudinal-radial (LR) et longitudinal-tangentiel (LT), ont des aspects différents du fait de l'anisotropie de la structure du bois (Figure 1.8).

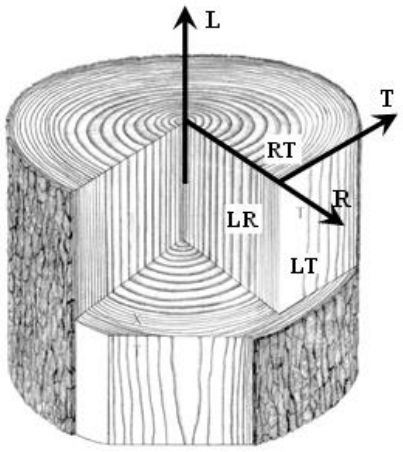


Figure 1.8 – Directions d'anisotropie du bois radiale (R), tangentielle (T) et longitudinale (L) et plans associés à l'échelle macroscopique [12].

Le plan transverse RT révèle en général, pour des bois issus de régions tempérées, la présence de cercles concentriques, les accroissements annuels ou cernes. Ils correspondent à la quantité de matière produite par l'arbre pendant une année. Les rayons ligneux forment quant à eux des lignes orientées dans la direction radiale, qui s'étendent du cœur de l'arbre jusqu'à l'écorce. A cette échelle, l'aubier et le duramen peuvent être distingués, et le bois de réaction, si existant, peut aussi être visualisé. Dans le plan LR, les rayons ligneux apparaissent sous forme de bandes radiales et les cernes se manifestent par des lignes verticales. Enfin, dans le plan LT, la section des rayons ligneux ressemble à des petits colliers de perles et les cernes sont visibles sous forme de paraboles.

L'échelle macroscopique est associée à un certain nombre d'hétérogénéités qui dégradent la qualité du bois. A chaque partie du tronc est associée une qualité qui va être adaptée à des applications spécifiques, la meilleure qualité étant généralement dédiée à des applications telles que la structure, l'ébénisterie ou encore, pour le chêne, la tonnellerie. Les défauts macroscopiques qui peuvent être rencontrés sont les nœuds – branches vivantes ou mortes à l'intérieur de la grume, la roulure, présente notamment chez le châtaigner, le chêne ou le douglas et correspondant à une décohésion du cœur de l'arbre, ou encore le fil tors, correspondant à une croissance en spirale. L'arbre peut aussi avoir développé du bois de réaction, qui provoque une asymétrie dans le plan transversal et une structure du bois modifiée dans les zones concernées.

2.3.2. Echelle des tissus

Dans les bois des régions tempérées, les accroissements annuels présentent une hétérogénéité radiale rythmée par le changement de climat au cours d'une année. Deux tissus caractéristiques sont distinguables dans le cerne : le bois initial (noté BI ou I dans ce mémoire) – ou bois de printemps – et le bois final (noté BF ou F) – ou bois d'été (Figure 1.6). Chez les résineux, la transition du bois initial vers le bois final est souvent plus progressive que chez les feuillus. La différence de couleur entre ces

deux tissus, observable à l'œil nu, est principalement due à leur différence de densité. A l'état anhydre, la densité apparente correspond à la masse de bois anhydre m_0 – ou masse des molécules constitutives du bois – comprise dans le volume de bois anhydre apparent V_0, et s'exprime par :

$$\rho_0 \ [g.cm^{-3}] = \frac{m_0}{V_0} \tag{1.2}$$

La densité du bois initial est plus faible que celle du bois final du fait de leur différence de structure cellulaire. Par conséquent, le bois initial est plus clair que le bois final. La qualité d'un bois peut être reliée à la fraction volumique de bois final dans le cerne f_{BF} – appelée texture – définie par :

$$f_{BF} \ [-] = \frac{V_{BF}}{V_{BF} + V_{BI}} \tag{1.3}$$

où V_{BI} et V_{BF} sont les volumes de bois initial et de bois final respectivement.

2.3.3. Echelle cellulaire

Le bois est constitué d'un ensemble de cellules, formées lors de la division cellulaire au niveau du cambium. Les cellules de bois ont une forme tubulaire. La partie solide est la paroi cellulaire. L'intérieur des cellules vivantes possède un contenu cellulaire qui disparaît à la mort des cellules. La cavité restante est appelée le lumen. La communication des cellules est assurée par les ponctuations, ouvertures situées dans les parois cellulaires, qui existent sous plusieurs formes et font partie des critères de reconnaissance des essences.

Différents types de cellules se distinguent de par leur fonction. Chez les résineux, le soutien mécanique de l'arbre et le transport de la sève sont assurés par un seul type de cellules, les trachéides, majoritairement orientées dans la direction longitudinale et constituant la plupart du tissu cellulaire (Figure 1.9). Issues de la division cellulaire péricline, elles forment des rangées bien alignées dans la direction radiale. L'épaisseur de leur paroi et leur morphologie cellulaire varient dans le cerne : les cellules de bois initial ont des parois fines et une section dans le plan transverse de forme plutôt hexagonale ; les cellules de bois final ont quant à elles une paroi beaucoup plus épaisse, un lumen de plus petite taille et une section plutôt rectangulaire. Ces différences de structure sont liées aux fonctions du bois initial et du bois final dans l'arbre : les cellules de bois initial favorisent la fonction de transport tandis que la mission prioritaire des cellules de bois final est le soutien mécanique.

Par ailleurs, le stockage des réserves nutritionnelles est accompli par les cellules de parenchyme. Encore vivantes dans l'aubier de l'arbre vivant, elles meurent lorsque l'arbre est abattu. Beaucoup plus courtes que les trachéides, les cellules de parenchyme peuvent être orientées dans la direction radiale ou longitudinale. Les cellules de parenchyme radiales se trouvent au sein d'un ensemble de cellules orientées radialement, les rayons ligneux. La majorité des cellules des rayons ligneux sont des cellules de parenchyme. Les rayons ligneux conduisent la nourriture depuis le liber, où circule la sève élaborée, jusqu'aux cellules de parenchyme longitudinales. Les cellules des rayons ligneux sont arrangées sous forme de bandes RL. Les rayons ligneux sont qualifiés d'unisériés s'ils ont une largeur d'une cellule et de fusiformes dans le cas contraire, à l'origine d'une forme de lentille dans le plan TL.

Enfin, une dernière hétérogénéité peut être présente dans le tissu cellulaire des résineux : les canaux résinifères, qui ne sont pas des cellules mais de simples cavités. Ils sont orientés soit dans la direction longitudinale, soit dans la direction radiale, alors au cœur des rayons ligneux. Dans les deux cas, les canaux résinifères sont entourés de cellules sécrétrices de résine.

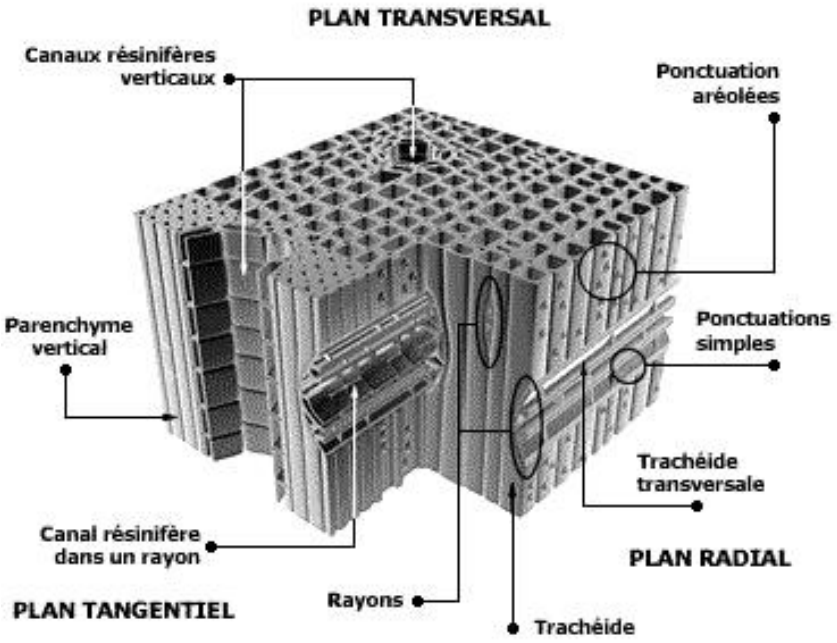


Figure 1.9 – Représentation schématique de la structure à l'échelle cellulaire d'un bois résineux (source : Comité National pour le Développement du Bois).

2.3.4. Echelle pariétale

La paroi cellulaire est constituée de trois polymères structuraux : la cellulose, sous forme de microfibrilles (voir paragraphe suivant), les hémicelluloses et la lignine. Sa structure peut être illustrée par celle d'un matériau composite stratifié à fibres dans lequel les microfibrilles de cellulose joue le rôle des renforts, la lignine celui de la matrice (« colle »), et les hémicelluloses celui du liant entre la lignine et la cellulose à laquelle elles sont intimement liées.

Constitution de la paroi cellulaire

Trois couches constituent la paroi cellulaire du bois : la lamelle mitoyenne (M), la paroi primaire (P) (ces deux couches constituent la lamelle moyenne) et la paroi secondaire (Figure 1.10). La distribution massique des constituants structuraux varie entre chaque couche (Figure 1.11) ainsi que l'orientation des microfibrilles de cellulose (Tableau 1.1). La lamelle mitoyenne, commune à deux cellules adjacentes, assure leur cohésion grâce à sa haute teneur en lignine. La paroi primaire, de faible épaisseur (≈ 0,1 µm), est la paroi initiale de la cellule fille issue de la division cellulaire dans le cambium. Son réseau lâche de cellulose lui confère une certaine extensibilité nécessaire lors de la première étape de différentiation où la cellule croît jusqu'à atteindre sa taille définitive. Enfin, la paroi secondaire est elle-même constituée de trois couches appelées S1, S2 et S3. Dans cette paroi, les microfibrilles de cellulose sont enroulées en hélice autour de l'axe des cellules. L'angle défini entre l'axe des cellules et les microfibrilles s'appelle l'angle des microfibrilles (AMF). La couche S1, qui se juxtapose à la paroi primaire, a une épaisseur de 0,1 à 0,3 µm et l'AMF est élevé, de 50 à 70° dans du bois résineux normal et mature. Les microfibrilles peuvent être orientées dans deux directions opposées (enroulement en S ou en Z). La couche S2 est la plus épaisse de toute la paroi cellulaire, de 5 µm ou plus. Elle influence donc fortement les propriétés de la paroi. Les microfibrilles sont disposées en parallèle dans la même orientation, proche de l'axe des cellules, avec un AMF de 10 à 30°. La couche S3, située à l'interface avec le lumen, a une structure semblable à celle de la couche S1, avec une épaisseur d'environ 0,1 µm

et un AMF de 60 à 90°. Dans le bois de compression, la couche S3 est absente et l'AMF de la couche S2 est élevé.

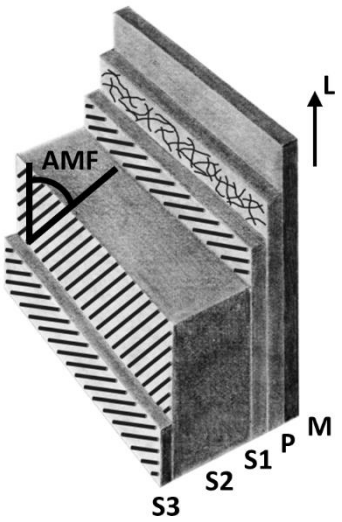


Figure 1.10 – Représentation schématique des différentes couches de la paroi cellulaire.

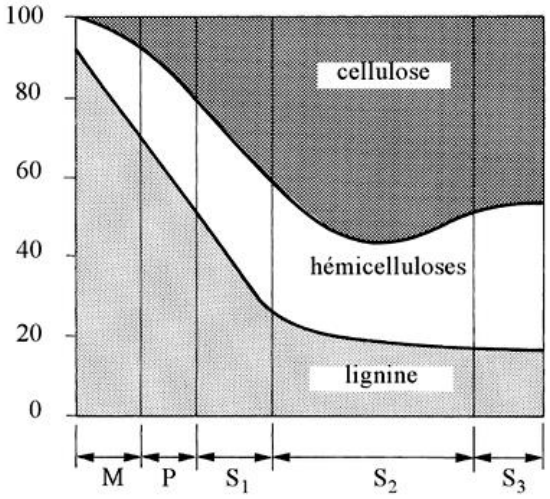


Figure 1.11 – Distribution des fractions massiques [en %] des constituants structuraux au sein de la paroi cellulaire [13].

Tableau 1.1 – Epaisseur et AMF des couches constitutives de la paroi cellulaire (d'après [14]).

	Paroi primaire	**Couche S1**	**Couche S2**	**Couche S3**
Epaisseur	≈ 0,1.10^{-6} m	≈ 0,1.10^{-6} m	≈ 0,6.10^{-6} m	≈ 0,1.10^{-6} m
AMF	Disposition aléatoire	50-70°	10-30°	60-90°

Paroi secondaire

L'organisation structurelle de la paroi secondaire est encore sujette à de nombreux questionnements et interprétations. Plusieurs modèles d'organisation des composants ont été proposés. Les résultats, appuyés par des observations submicroniques (exemple microscopie électronique à transmission) tendent à confirmer que les parois sont constituées de couches tangentielles à la paroi. Des modèles de structuration sont souvent mentionnés dans la littérature, comme celui de Scallan (1974) (cité par [15]), de Boyd (1982) [16], Gril (1988) [15] ou encore de Salmen et al. (2004) [17] pour expliquer les propriétés du matériau bois. On retiendra en particulier les modèles d'organisation des composants de la paroi qui considèrent des structures déposés en couches avec des zones lamellaires et lenticulaires mais à des échelles différentes par rapport aux microfibrilles ou par rapport à un agrégat de microfibrilles (macrofibrilles). Deux modèles sont ici référencés. A noter que le vocabulaire défini dans ce mémoire peut être différent de celui employé par les différents auteurs.

Le premier modèle (modèle 1), mentionné par Boyd [16] et Gril [15], suppose qu'il existe un treillis de microfibrilles disposé en couches tangentielles à la paroi qui sont enrobées d'hémicelluloses. Les incrustations entre les microfibrilles, de forme lenticulaire car les microfibrilles ne sont pas rectilignes, sont remplies de matrice.

Le second modèle (modèle 2), comme présenté par Salmen et al. (2004) [17], considère que les microfribrilles sont incorporées dans une matrice d'hémicelluloses mais sont rassemblées en agrégats, appelés macrofibrilles. Ces macrofibrilles sont enrobées essentiellement de lignine, mêlée d'hémicelluloses. Dans cette configuration, ce sont les macrofibrilles qui constituent un treillis formant

des zones lenticulaires, remplies essentiellement de lignine, et les hémicelluloses enrobant les microfibrilles constituent des zones lamellaires. Par ailleurs, il a été observé que les macrofibrilles étaient disposées sous forme de couches tangentielles aux parois. Cette représentation sera détaillée et schématisée dans le Chapitre 4.

2.3.5. Echelle moléculaire

A l'échelle moléculaire, le bois est constitué de trois polymères structuraux : la cellulose, les hémicelluloses et la lignine. Ils confèrent à la paroi cellulaire sa résistance mécanique, son hygroscopicité ou encore sa rigidité. Leurs caractéristiques et fonctions sont résumées dans le Tableau 1.2. Une fraction massique d'autres molécules inférieure à 10%, les extractibles et minéraux, est aussi présente. Ils procurent au bois des propriétés telles que la couleur, l'odeur, la durabilité ou encore l'abrasivité.

Tableau 1.2 – Constituants chimiques du bois et caractéristiques (d'après [13] et [18]).

	Type	Arrangement	DP	Fraction massique [%]	Concentration -OH [mmol.g^{-1}]	Fonctions
Cellulose	Semi-cristalline	Linéaire	≈10 000	45 - 50	18,5	Renfort, hygroscopicité
Hémicelluloses	Amorphe	Ramifié	150-200	20 - 25	8,6 - 18,8	Matrice, hygroscopicité
Lignines	Amorphe	Tridimensionnel	nc	20 - 30	7,9	Matrice, rigidité
Extractibles et minéraux	-	Molécule polymérique	-	0 - 10*	-	Couleur, odeur, durabilité [11], hygroscopicité [19], stabilité dimensionnelle [20]…

*****jusqu'à plus de **20% pour les bois tropicaux [21]**

Cellulose

La cellulose est une molécule abondante sur Terre et se retrouve dans de nombreuses autres espèces végétales que le bois. Le terme Cellulose I est attribué à la forme de la cellulose trouvée dans les parois cellulaires du bois (cellulose native). Le monomère – motif de base d'un polymère – de la cellulose est une molécule de glucose anhydre. L'assemblage de ces molécules, dont une sur deux est tournée de 180°, forme une longue chaîne linéaire (Figure 1.12) dont le degré de polymérisation[a] (DP) est de l'ordre de 10 000 [22]. Les nombreux sites hydroxyles (groupes –OH) sont à l'origine de liaisons hydrogènes entre les chaines de cellulose disposées en parallèle, formant ainsi des feuilles de cellulose. Celles-ci sont assemblées entre-elles transversalement par des liaisons hydrogènes. Cet ensemble est appelé microfibrilles de cellulose. Dans la direction axiale des microfibrilles, certaines régions sont amorphes car les chaînes de cellulose sont désordonnées. Les microfibrilles ont donc une structure semi-cristalline. Les régions cristallines monopolisent la majorité des sites hydroxyles et sont par conséquent hydrophobes, alors que les régions amorphes sont accessibles aux molécules polaires telles que l'eau.

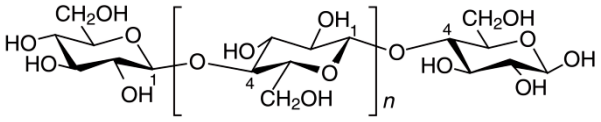


Figure 1.12 – Chaîne de cellulose [22].

[a] Degré de polymérisation : nombre de motifs élémentaires dans le polymère.

Hémicelluloses

A la différence de la cellulose, les hémicelluloses sont constituées d'une variété de monomères d'hydrates carbonés (sucres) dont les principaux sont le glucose, le mannose, l'arabinose, le xylose et le galactose [22]. Les hémicelluloses sont donc qualifiées d'hétéropolymères. Leurs chaînes moléculaires sont beaucoup plus courtes que la cellulose (DP = 150-200) et, malgré la linéarité de leur structure principale, elles possèdent quelques ramifications. Par rapport à la cellulose, les hémicelluloses sont donc moins ordonnées et plus accessibles aux molécules extérieures telles que l'eau. Dans les résineux, les deux hémicelluloses majeures sont le galactoglucomannane et l'arabino-glucoronoxylane, appelées plus simplement glucomannane et xylane respectivement (Figure 1.13). Les hémicelluloses, en particulier le glucomannane, sont intimement liées aux microfibrilles de cellulose formant ainsi les macrofibrilles définies précédemment dans le modèle 2 (voir Chapitre 4).

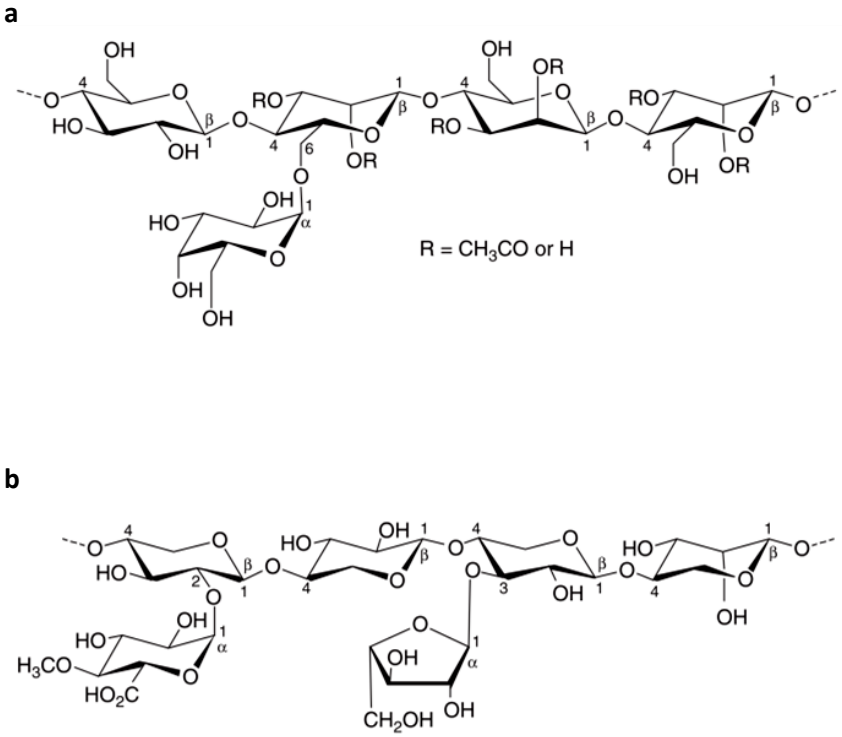


Figure 1.13 – Structure moléculaire des hémicelluloses (a) galactoglucomannane et (b) arabinoglucoronoxylane [22].

Lignine

La lignine est un polymère amorphe réticulé tridimensionnel, fabriqué à partir d'un constituant de base, le phénylpropane, composé aromatique [22]. Elle est à tendance hydrophobe contrairement à la cellulose et aux hémicelluloses. De plus, elle confère au bois sa résistance mécanique. Le détail de sa structure n'est pas parfaitement connu du fait de sa complexité et de sa variabilité, la lignine existant sous de multiples formes (le terme lignines serait certainement plus approprié).

Extractibles et minéraux

D'autres composants chimiques, les extractibles et les minéraux, sont présents dans le bois et ne font pas partie des constituants structuraux [22]. Il existe une diversité importante de ces composants dont la nature et la quantité varie d'une essence à l'autre. Dans les essences des régions tempérées,

leur fraction massique est de 4 à 10 % dans le bois sec alors que dans les essences tropicales, elle peut aller jusqu'à plus de 20% [21].

Les extractibles sont des molécules organiques qui peuvent être extraites dans un solvant organique. Parmi eux se trouvent les graisses et les cires, les gommes, les amidons, des composés aromatiques, les résines ou encore les tannins. Ils jouent un rôle dans le métabolisme de l'arbre, sont aussi des réserves d'énergie et participent à la résistance aux attaques biologiques. En ce qui concerne les propriétés du bois, les extractibles sont à l'origine de la couleur, de l'odeur, et la durabilité du duramen, partie du bois où ils sont principalement localisés.

Par ailleurs, des molécules inorganiques, les minéraux ou cendres, se trouvent aussi dans le bois (exemples : silice, calcium, potassium). Ces molécules peuvent donner au matériau des propriétés de durabilité ou d'abrasivité [11].

3. Propriétés hydriques et mécaniques du bois

3.1. Interactions eau-bois

3.1.1. Etats de l'eau dans le bois

Les interactions entre l'eau et le bois sont d'une réelle importance car elles entrainent des variations dimensionnelles, des modifications des propriétés mécaniques et des mécanismes de dégradation du bois. La structure et la composition chimique du bois sont à l'origine de ces interactions. L'eau dans le bois existe sous trois états différents : l'eau liée, l'eau liquide et l'eau vapeur.

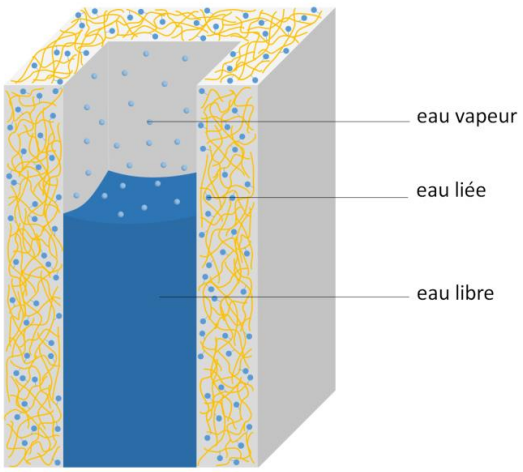


Figure 1.14 – Représentation schématique des états de l'eau dans le bois.

Eau liée et hygroscopicité du bois

L'eau liée correspond à un état adsorbé de l'eau sur les polymères structuraux du bois. Elle est localisée dans la paroi cellulaire et est à l'origine des déformations hygromécaniques du bois (gonflement/retrait) lors d'effets de sorption (adsorption/désorption). Les polymères structuraux du bois, et essentiellement les hydrates carbonés (cellulose et hémicelluloses), sont constitués de nombreux sites de sorption, notamment les sites hydroxyles –OH, où des liaisons hydrogènes peuvent être créées avec des molécules polaires telles que l'eau. Les hémicelluloses ont la plus grande affinité

avec l'eau, suivies de la cellulose et de la lignine [18]. En effet, bien que la cellulose possède la plus grande concentration de groupes hydroxyles, environ deux tiers de ces sites sont déjà utilisées pour des liaisons intra- et inter chaînes de cellulose (Tableau 1.2). Ainsi, l'hydrophilie des polymères structuraux du bois lui donne un caractère hygroscopique : il adsorbe ou désorbe des molécules d'eau provenant de son environnement extérieur au sein de sa paroi cellulaire pour s'équilibrer avec l'humidité relative. Les interactions entre l'eau et les polymères structuraux peuvent être modifiées par les extractibles comme montré par Bossu et al. [23].

Eau liquide

L'eau liquide se trouve sous forme de colonnes d'eau dans les lumens qui jouent le rôle de capillaires. Elle ne provoque pas de déformations hygromécaniques du bois. Souvent qualifiée d'eau libre, son état thermodynamique est en fait inférieur à celui de la réelle eau libre – eau pure et contenue dans un récipient de dimensions suffisantes pour que les interactions au niveau de la paroi soient négligeables [24]. En effet, l'état de l'eau dans les lumens est influencé par les effets de capillarité, dus aux interactions fortes entre la surface de la paroi cellulaire et les molécules d'eau proches de cette surface, qui peuvent être considérées comme adsorbées. De plus, la présence des extractibles, solubles dans l'eau, diminue le caractère « libre » de l'eau située dans les lumens. Le transport de l'eau liquide dans le bois est encore un sujet de recherche d'actualité.

Eau vapeur

Les cavités cellulaires du bois, même lorsqu'il est à l'état vert, ne sont jamais complètement saturées en eau liquide. Les espaces « vides » au sein des lumens contiennent de l'air et de l'eau à l'état de vapeur.

3.1.2. Teneur en eau

Définition

La teneur en eau w exprime la quantité d'eau présente dans le bois. Elle est définie comme le rapport entre la masse d'eau (trois états inclus) contenue dans le volume de bois m_{eau} et la masse de bois anhydre m_0 (1.4). La masse d'eau peut s'exprimer par la différence entre la masse de l'échantillon humide m_h et la masse de bois anhydre m_0.

$$w\,[\%] = \frac{m_{eau}}{m_0} \times 100 = \frac{m_h - m_0}{m_0} \times 100 \qquad (1.4)$$

Etats de l'eau en fonction de la teneur en eau

Selon la teneur en eau dans le bois, tous les états de l'eau ne sont pas toujours présents. Dans l'arbre sur pied, la teneur en eau du bois est élevée (pour les résineux, 40-80% dans le duramen et 150-200% dans l'aubier [25]). Les parois cellulaires sont saturées en eau liée et les cavités cellulaires contiennent de l'eau liquide. Lorsque l'arbre est abattu et le bois laissé à l'air libre, la teneur en eau diminue (séchage) pour s'équilibrer avec l'humidité relative de l'air. L'eau liquide est la première eau à être évacuée. Lorsque qu'il n'y a plus d'eau liquide dans les lumens mais que les parois cellulaires sont encore saturées en eau liée, la teneur en eau est appelée Point de Saturation des Fibres (PSF). En-dessous du PSF, seules l'eau liée et l'eau vapeur sont présentes.

La définition du PSF, donnée par Tiemann en 1906, est un cas idéal. Des études récentes montrent que de l'eau liquide pourrait encore être présente au début du séchage de la paroi cellulaire. Ainsi, la notion de PSF est encore largement discutée aujourd'hui et des outils tels que la ^{1}H RMN sont utilisés pour aborder ce sujet (Chapitre 3).

3.1.3. Isotherme de sorption

Une isotherme de sorption relie, à température constante, la teneur en eau à l'équilibre d'un volume de matière à l'humidité relative de l'air. L'humidité relative de l'air (HR) est définie comme le rapport entre la pression de vapeur p_v et la pression de vapeur saturante dans l'air p_{vs} (1.5). La pression de vapeur est causée par le mouvement des molécules d'eau vaporisées et leurs chocs contre les parois du récipient qui la contient. La pression de vapeur saturante, qui augmente avec la température, est la pression maximale à partir de laquelle il n'est plus possible d'ajouter des molécules d'eau dans le volume. Ainsi, quand $p_v = p_{vs}$, l'humidité relative vaut 100% et indique que l'air est saturé en eau.

$$HR\ [\%] = \frac{p_v}{p_{vs}(T)} \times 100 \tag{1.5}$$

Lorsqu'un matériau hygroscopique tel que le bois est soumis à une variation d'humidité relative, sa teneur en eau augmente si la variation est positive (adsorption) ou diminue si la variation est négative (désorption). Les molécules d'eau pénètrent par diffusion dans le bois, à travers les lumens et la paroi cellulaire. La teneur en eau varie (régime transitoire) jusqu'à atteindre une valeur stable appelée teneur en eau à l'équilibre (w^{eq}) définie par :

$$w^{eq}\ [\%] = \frac{m_h{}^{eq} - m_0}{m_0} \times 100 \tag{1.6}$$

Les mécanismes de sorption d'eau peuvent être étudiés à travers les isothermes de sorption. Leur forme reflète les interactions physiques et chimiques entre l'eau et le substrat solide, ainsi que le nombre de sites de sorption accessibles. Les isothermes de sorption dans les matériaux ont été réparties en 5 [26] puis 6 types différents [27](Figure 1.15).

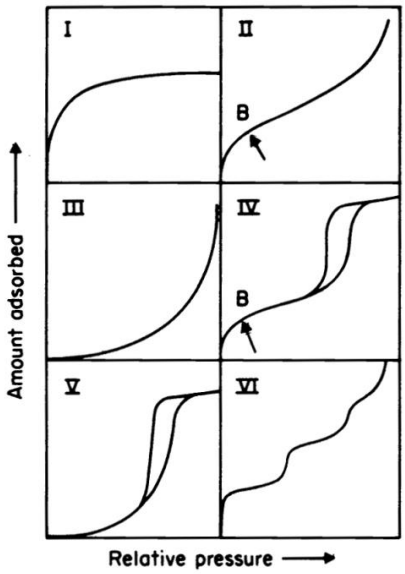


Figure 1.15 – Six types d'isothermes de sorption d'après l'I.U.P.A.C. [27].

Les isothermes de sorption du bois ont une forme sigmoïdale et font partie des isothermes de type II. Au travers de modèles théoriques d'isothermes, des travaux cherchent à discuter de différentes composantes d'eau liée (au sens localisation) ou de formes d'eau (au sens thermodynamique). La théorie BET [28] a permis de modéliser la sorption d'eau dans le bois aux faibles humidités relatives (< 40% HR), en supposant qu'une eau primaire est fortement liée aux sites de sorption alors qu'une eau secondaire possède des propriétés thermodynamiques identiques à celles de l'eau liquide. Dent (1977) [29] a amélioré ce modèle et proposé que l'eau secondaire ait une énergie de sorption plus élevée que celle de l'eau liquide. Cette approche a permis une meilleure modélisation aux hautes humidités relatives. Le modèle de Hailwood and Horrobin (1946) [30] est aussi couramment utilisé pour le bois. Dans leur modèle, une partie de l'eau adsorbée forme un hydrate avec les molécules du bois et l'autre partie forme une solution solide dans la paroi cellulaire. Les modèles d'isothermes de sorption décrits dans la littérature sont encore à l'origine de débats (exemple : Willems (2015) [31]). La question de la localisation de l'eau à l'échelle subpariétale fait aussi l'objet de discussions à l'aide de modèles de simulation moléculaire [32].

Comme pour beaucoup d'autres matériaux, une hystérésis est mise en évidence entre l'isotherme d'adsorption (humidification) et de désorption (séchage). A une humidité relative donnée, la teneur en eau à l'équilibre est plus élevée en désorption qu'en adsorption. Cette hystérésis peut s'expliquer par des facteurs tels qu'une énergie de sorption nécessaire plus élevée pour l'adsorption que pour la désorption du fait du gonflement du bois [13]. Toutefois, ce phénomène suscite encore des questions de recherche [33] [18].

Enfin, la succession de cycles d'humidification-séchage est quasiment répétable, excepté lors du premier séchage du bois (séchage du bois vert) dont l'isotherme de désorption est supérieure à celles des cycles suivants.

3.1.4. Comparaison des isothermes de sorption du bois initial et du bois final

Dans la littérature, les conclusions concernant la comparaison des isothermes de sorption du bois initial et du bois final sont encore source de débats puisque les résultats ne sont pas identiques d'une étude à l'autre et difficilement comparables du fait de conditions expérimentales et matériaux différents. L'absence de différence entre le bois initial et le bois final a toutefois été constatée à plusieurs reprises (Tableau 1.3). D'après Neimsuwan et al. (2008) [34] et Hill et al. (2015) [35], cette différence peut aussi dépendre du numéro de cerne : les cernes du bois mature auraient ainsi une isotherme de sorption du bois final inférieure à celle du bois initial.

Tableau 1.3 – Synthèse de résultats de la littérature sur la comparaison d'isothermes de sorption bois initial-bois final.

Publication	Essence	Technique	Volume/masse des échantillons	Isothermes
Hill et al. 2015 [35]	Mélèze	DVS	10 mg	$EMC_{BI} \approx EMC_{BF}$ $EMC_{BI} > EMC_{BF}$ (selon numéro de cerne)
Neimsuwan et al. 2008 [34]	Pin taeda	Solutions salines + balance	12,5 mm^3	$EMC_{BI} \approx EMC_{BF}$ $EMC_{BI} > EMC_{BF}$ (selon numéro de cerne)
Sharratt et al. 2010 [36]	Pin sylvestre	DVS	50 mg	$EMC_{BI} \approx EMC_{BF}$

3.2. Propriétés mécaniques du bois

3.2.1. Anisotropie des propriétés élastiques du bois

La loi de comportement élastique du bois est généralement décrite en le considérant comme un matériau orthotrope dans le repère orthonormé (R,T,L). Différentes hypothèses, décrites notamment par Guitard [37], sont alors prises en considération :

(a) Dans le cas idéal, la grume est absente de défauts (nœuds, fil tors…) et la croissance de l'arbre a été uniforme, de sorte qu'une symétrie de révolution autour de l'axe du tronc est supposée. En admettant une absence de conicité du tronc, le bois à l'échelle de la grume peut être considéré comme un matériau orthotrope cylindrique, dont les plans de symétrie sont les plans LR et RT, et les directions d'anisotropie sont les directions R, T et L.

(b) Le volume de bois étudié est supposé suffisamment petit par rapport à sa position radiale pour admettre une absence de courbure des cernes. Le bois est alors considéré somme un matériau orthotrope (trois plans de symétrie orthogonaux) décrit dans la base orthonormée (R, T, L).

(c) Le volume de bois est suffisamment grand devant la taille des cellules pour admettre la continuité du milieu.

Les champs des contraintes $\sigma(\underline{x})$ et des déformations $\varepsilon(\underline{x})$ sont reliés par une loi de comportement élastique linéaire faisant intervenir le tenseur de rigidité du bois **C** (1.7) ou le tenseur de souplesse **S** (1.8) :

$$\sigma_{ij} = C_{ijkl}\varepsilon_{kl} \tag{1.7}$$

$$\varepsilon_{ij} = S_{ijkl}\sigma_{kl} \tag{1.8}$$

La relation entre ces deux tenseurs étant :

$$\mathbf{C} = \mathbf{S}^{-1} \tag{1.9}$$

Dans le repère (R, T, L), le tenseur de souplesse du bois, vu comme un matériau orthotrope, peut s'écrire en fonction des modules de Young et des coefficients de Poisson sous la forme :

$$\begin{vmatrix} \varepsilon_{RR} \\ \varepsilon_{TT} \\ \varepsilon_{LL} \\ 2\varepsilon_{TL} \\ 2\varepsilon_{LR} \\ 2\varepsilon_{RT} \end{vmatrix} = \begin{vmatrix} \frac{1}{E_R} & -\frac{\nu_{TR}}{E_T} & -\frac{\nu_{LR}}{E_L} & 0 & 0 & 0 \\ -\frac{\nu_{RT}}{E_R} & \frac{1}{E_T} & -\frac{\nu_{LT}}{E_L} & 0 & 0 & 0 \\ -\frac{\nu_{RL}}{E_R} & -\frac{\nu_{TL}}{E_T} & \frac{1}{E_L} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \frac{1}{G_{TL}} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{1}{G_{LR}} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{1}{G_{RT}} \end{vmatrix} . \begin{vmatrix} \sigma_{RR} \\ \sigma_{TT} \\ \sigma_{LL} \\ \sigma_{TL} \\ \sigma_{LR} \\ \sigma_{RT} \end{vmatrix}_{(R,\,T,\,L)} \tag{1.10}$$

E_R, E_T et E_L sont les modules d'élasticité dans les directions R, T et L. G_{TL}, G_{LR} et G_{RT} sont les modules de cisaillement dans les plans TL, LR et RT. ν_{ij} est le coefficient de Poisson défini comme l'opposé du rapport entre la déformation selon l'axe j, perpendiculaire à l'axe i de sollicitation, et la déformation selon l'axe i :

$$\nu_{ij} = -\frac{\varepsilon_j}{\varepsilon_i} \text{ où i est l'axe de sollicitation et j l'axe perpendiculaire} \quad (1.11)$$

De plus, le tenseur **S** est symétrique d'où les relations :

$$\frac{\nu_{ji}}{\varepsilon_j} = \frac{\nu_{ij}}{\varepsilon_i} \text{ avec i,j = \{R, T, L\}} \quad (1.12)$$

3.2.2. Propriétés élastiques du bois à l'échelle macroscopique

Variabilité inter-essence

La structure anisotrope et multi-échelle du bois est à l'origine de l'anisotropie des propriétés élastiques du bois. La rigidité du bois est beaucoup plus élevée dans la direction longitudinale que dans le plan transverse RT car l'arbre a besoin de supporter son propre poids et de résister aux sollicitations mécaniques extérieures. Dans le plan transverse, les modules d'élasticité présentent aussi des différences (Tableau 1.4).

Tableau 1.4 – Modules d'élasticité de bois résineux et de bois feuillus mesurés à une teneur en eau d'environ 12% [37].

	Essence	ρ [g.cm^{-3}]	E_R [GPa]	E_T [GPa]	E_L [GPa]	G_{RT} [GPa]	G_{TL} [GPa]	G_{RL} [GPa]	$-1/S_{12}$ [GPa]	$-1/S_{23}$ [GPa]	$-1/S_{31}$ [GPa]
Résineux	Douglas	0,47	0,95	0,93	16,70	0,11	0,80	0,75	2,58	40,00	31,60
	Epicéa	0,43	0,91	0,49	13,80	0,03	0,71	0,73	1,63	25,60	30,40
Feuillus	Chêne	0,63	2,22	1,32	9,40	0,61	1,10	1,32	3,44	24,20	25,30
	Hêtre	0,63	2,04	0,87	14,10	0,50	0,98	1,85	2,81	30,40	38,60

Sensibilité à la teneur en eau

Le caractère hydrophile du bois le rend sensible à la teneur en eau. La présence d'eau liée dans la paroi induit une plastification des polymères et abaisse leur température de transition vitreuse [37]. L'effet sur les propriétés mécaniques est directement lié. Ainsi, en première approximation, les propriétés mécaniques du bois diminuent lorsque la teneur en eau augmente dans le domaine hygroscopique. Des relations entre les propriétés mécaniques et la teneur en eau ont été établies pour décrire ce comportement. La Figure 1.16 illustre cette relation pour le module d'élasticité longitudinal qui augmente légèrement avec la teneur en eau lorsque celle-ci est inférieure à 8%. Entre 8 et 22%, le module diminue quasiment linéairement avec la teneur en eau. Enfin, aux teneurs en eau > 22%, une stabilisation du module est observée.

Dans le domaine de teneur en eau 6-20%, Guitard [37] a fourni les lois suivantes pour décrire la décroissance des modules d'élasticité avec la teneur en eau :

$$\begin{aligned} E_R^w &= E_R^{12}\,[1 - 0{,}030(w - 12)] \\ E_T^w &= E_T^{12}\,[1 - 0{,}030(w - 12)] \\ E_L^w &= E_L^{12}\,[1 - 0{,}015(w - 12)] \\ G_{RT}^w &= G_{RT}^{12}\,[1 - 0{,}030(w - 12)] \\ G_{TL}^w &= G_{TL}^{12}\,[1 - 0{,}030(w - 12)] \\ G_{LR}^w &= G_{LR}^{12}\,[1 - 0{,}030(w - 12)] \end{aligned} \quad (1.13)$$

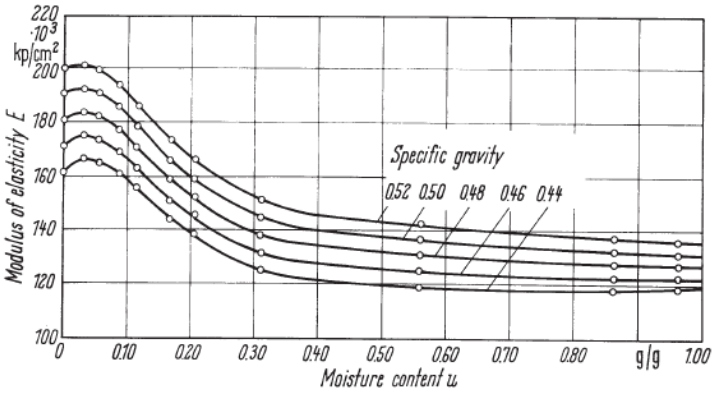


Figure 1.16 – Evolution du module d'élasticité longitudinal avec la teneur en eau [38].

3.2.3. Propriétés élastiques des tissus bois initial-bois final

Les comportements hygromécaniques du bois initial et du bois final, ainsi que leurs interactions, sont liés à leurs propriétés élastiques. Leur détermination est complexe car les échantillons doivent être de petites tailles.

Plusieurs méthodes ont été utilisées dans la littérature. Persson (2000) [39], à partir des propriétés mécaniques de la paroi cellulaire et de la morphologie cellulaire, a estimé l'ensemble des modules de Young et des coefficients de Poisson par modélisation (Tableau 1.5). Farruggia et Perré (2000) [40] ont mesuré les propriétés mécaniques dans le plan transverse sur de l'épicéa en effectuant des essais mécaniques sur des coupes minces de bois initial et de bois final observés par microscopie optique (Figure 1.17).

Comme à l'échelle macroscopique, les modules d'élasticité sont beaucoup plus élevés dans la direction longitudinale que dans les directions transversales (facteur 10-20). De plus, les propriétés élastiques du bois final sont supérieures à celles du bois initial. Dans le plan transverse, le bois initial est anisotrope, avec un module d'élasticité supérieur dans la direction radiale. Le rapport R/T varie selon les résultats de la littérature, estimé à 8 par Persson (2000) [39] et à 3-4 par Farrugia et Perré (2000) [40]. Quant au bois final, il est quasiment isotrope dans le plan transverse.

Ces propriétés intra-cerne peuvent être reliées à la densité locale du bois. Par exemple, Farrugia et Perré (2000) [40] ont trouvé une relation linéaire croissante entre le module d'élasticité radial E_R et la densité (Figure 1.17). Les valeurs mesurées sont cohérentes avec celles calculées par Persson (2000) en ce qui concerne les modules d'élasticité radial.

Tableau 1.5 – Densité et propriétés élastiques du bois initial, du bois de transition et du bois final de l'épicéa [39].

Paramètres	Bois initial	Bois de transition	Bois final
Densité [g.cm^{-3}]	0,30	0,45	1,00
E_L [MPa]	7710	11400	36400
E_R [MPa]	671	953	1570
E_T [MPa]	83	441	2100
G_{LR} [MPa]	675	780	1760
G_{LT} [MPa]	397	861	1770
G_{RT} [MPa]	9	10	43
ν_{RL} [-]	0.057	0.009	0.018
ν_{TL} [-]	0.059	0.054	0.031
ν_{TR} [-]	0.124	0.241	0.219

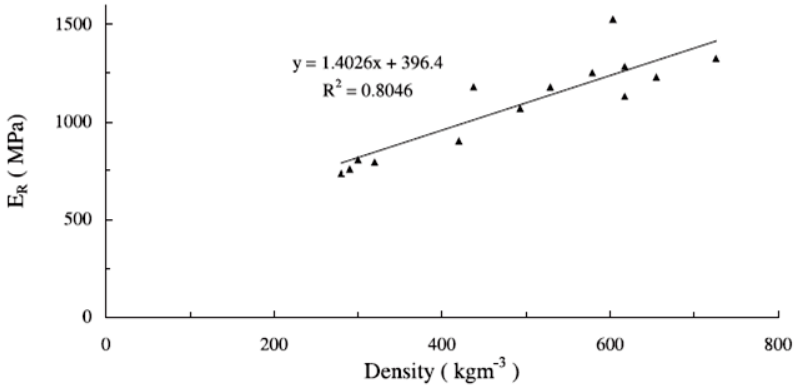


Figure 1.17 – Relation entre le module d'élasticité radial E_R et la densité, paramètres mesurés à une teneur en eau de 12% (Farruggia et Perré (2000) [40]).

3.3. Comportement hygromécanique du bois

3.3.1. Comportement macroscopique

Déformations hygromécaniques et coefficients d'hygroexpansion

Le bois se déforme en réponse à des variations de teneurs en eau : une augmentation de la teneur en eau (adsorption) entraine un gonflement du bois tandis qu'une diminution (désorption) induit un retrait. L'adsorption et la désorption de molécules d'eau liée dans la paroi cellulaire du bois génèrent des pressions internes qui sont, par une imbrication de phénomènes physiques et d'interactions multi-échelles, à l'origine du comportement de gonflement et de retrait macroscopique du bois. Dans ce manuscrit, on désigne par « comportement hygromécanique » ces phénomènes, et les déformations associées sont appelées « déformations hygromécaniques ».

Les déformations hygromécaniques volumiques sont définies à partir des volumes des échantillons à l'état humide (V_h) et à l'état de référence (V_0) par :

$$\varepsilon_{V,h}\,[\%] = \frac{V_h - V_0}{V_0} \times 100 \tag{1.14}$$

Le coefficient d'hygroexpansion volumique, variation des déformations hygromécaniques volumiques pour un incrément de teneur en eau dw, s'exprime par :

$$X_{V,h}[\%/\%] = \frac{1}{V_0}\,\frac{dV}{dw} \times 100 = \frac{1}{V_0}\,\frac{V_h - V_0}{w_h - w_0} \times 100 \tag{1.15}$$

Le comportement hygromécanique du bois est anisotrope. En considérant les trois directions principales du bois – radiale (R), tangentielle (T) et longitudinale (L) – il est caractérisé par :

- une anisotropie entre la direction longitudinale et les directions transversales. Les déformations longitudinales sont petites par rapport aux déformations radiales et tangentielles : $\varepsilon_L << \varepsilon_R$ et $\varepsilon_L << \varepsilon_T$.
- une anisotropie dans le plan transverse. Les déformations tangentielles sont environ deux fois plus élevées que les déformations radiales : $\varepsilon_T \approx 2\varepsilon_R$.

Typiquement, depuis le FSP jusqu'à l'état sec, les déformations longitudinales sont de l'ordre de 0,1-0,3%, les déformations radiales de l'ordre de 3-6% et les déformations tangentielles de l'ordre de

6-12% [24]. L'anisotropie du comportement hygromécanique du bois dans le plan transverse est à l'origine de distorsions et/ou de fissures apparaissant au cours du séchage (Figure 1.18).

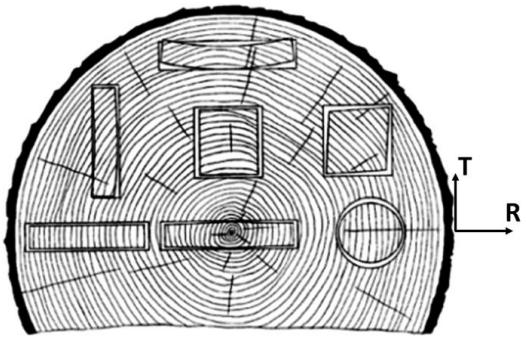


Figure 1.18 – Retraits et distorsions selon la position des sciages de bois (source : US Forest Products Laboratory).

Les déformations hygromécaniques dans la direction i ($\varepsilon_{i,h}$) sont calculées à partir des dimensions dans cette direction à l'état humide ($d_{i,h}$) et à l'état de référence ($d_{i,0}$). Dans les directions principales, elles s'expriment par :

$$\varepsilon_{i,h}\,[\%] = \frac{d_{i,h} - d_{i,0}}{d_{i,0}} \times 100 \qquad \text{avec i = R, T ou L} \tag{1.16}$$

Les coefficients d'hygroexpansion principaux $X_{R,h}$, $X_{T,h}$ et $X_{L,h}$ sont définis par :

$$X_{i,h}[\%/\%] = \frac{1}{d_{i,0}} \frac{d(d_i)}{dw} \times 100 = \frac{1}{d_{i,0}} \frac{d_{i,h} - d_{i,0}}{w_{i,h} - w_{i,0}} \times 100 \qquad \text{avec i = R, T ou L} \tag{1.17}$$

Variabilité des propriétés

Ce comportement anisotrope est valable pour toutes les essences [13]. Les coefficients d'hygroexpansion dans les directions radiale et tangentielle, moyennés sur le domaine de teneur en eau 0-12%, sont donnés dans le Tableau 1.6 pour différentes essences. L'explication de cette anisotropie a été le sujet de recherche de nombreuses études et est encore une problématique actuelle du fait de la complexité induite par les nombreuses relations entre la structure et les propriétés qui existent dans le bois [41].

Des analyses statistiques, à partir de bases de données sur de nombreuses essences, tendent à essayer de mettre en relation les déformations hygromécaniques avec la densité, l'angle des microfibilles, la largeur de cerne ou encore la teneur en extractibles [23] [42], sans qu'il soit possible de définir sans ambiguité les paramètres prépondérants qui puissent expliquer la variabilité observée du fait de faibles coefficients de regression linéaire. La densité a été un facteur d'influence souvent étudié et semble relativement bien corrélé aux coefficients d'hygroexpansion volumique et transverses, comme par exemple montré dans des travaux assez anciens cités dans Kolmann et Coté (1968) [38] où une relation linéaire entre le coefficient d'hygroexpansion volumique et la densité sèche est trouvée (Figure 1.19). Les travaux de Hernandez (2007) [20] sur plusieurs bois tropicaux ont aussi mis en évidence cette relation. Plus récemment, Botosso (1997) [43] a mis en place de telles relations à partir de mesures effectuées sur des échantillons issus d'un seul arbre. Cette méthode de prélèvement a permis d'affiner les relations, et notamment de mettre en évidence une relation non-linéaire entre le retrait tangentiel et la densité, mais qui reste toutefois assez dispersée du fait de la variabilité des propriétés entre échantillons prélevés dans des cernes différents.

Tableau 1.6 – Coefficients d'hygroexpansion dans les directions radiales et tangentielles de différentes essences [38].

	Essence	ρ [g.cm^{-3}]	X_R [%/%]	X_T [%/%]	X_T/X_R [-]
Résineux	Douglas	0,41	0,19	0,33	1,74
	Epicéa	0,37	0,19	0,37	1,95
Feuillus	Chêne	0,70	0,19	0,32	1,68
	Hêtre	0,67	0,22	0,38	1,73

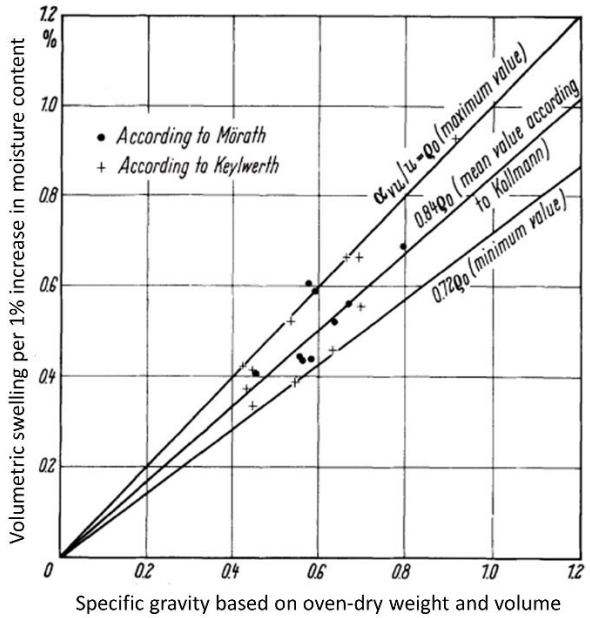


Figure 1.19 – Coefficient de gonflement volumique exprimé en fonction de la densité sèche (d'après [38]).

L'eau liée étant à l'origine du comportement hygromécanique, le bois se déforme lorsque sa teneur en eau est inférieure au PSF. Au-dessus de cette valeur, il ne subit plus de déformations car l'eau qui pénètre est sous forme d'eau liquide dans les lumens. Dans le domaine de teneur en eau 0-PSF, les déformations volumiques, tangentielles et radiales évoluent, en première approximation, linéairement avec la teneur en eau. Cependant, une analyse plus fine des relations déformations-teneur en eau met en évidence une non-linéarité. En effet, aux faibles teneurs en eau (<5%), le coefficient d'hygroexpansion est plus faible que dans le reste du domaine hygroscopique (Figure 1.20). Par ailleurs, le coefficient d'hygroexpansion radial tend à diminuer aux hautes teneurs en eau [44] [45] [46].

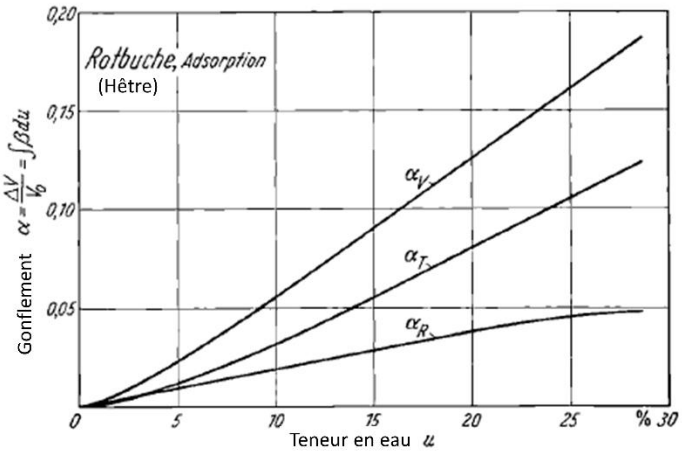


Figure 1.20 – Evolution déformations volumiques, radiales et tangentielles en fonction de la teneur en eau. Données expérimentales pour le hêtre pour des teneurs en eau <FSP (d'après Keylwerth (1962) [44]).

3.3.2. Comportement hygromécanique du bois initial et du bois final

Le comportement hygromécanique du bois initial et du bois final a été étudié par des moyens expérimentaux (i) sur des échantillons isolés et (ii) sur des échantillons de plusieurs cernes grâce à des techniques de mesures de champs. Très peu d'études ont effectué des mesures de gonflement ou retrait à plusieurs échelles sur des échantillons identiques ou des échantillons appariés – prélevés dans le même arbre à des positions relativement proches – pour permettre d'analyser les interactions entre les constituants du bois en minimisant l'aspect variabilité.

Méthodes de mesure

Différentes méthodes ont été utilisées pour déterminer les déformations hygromécaniques dans les directions principales du bois sur des échantillons isolés. La difficulté pour effectuer de telles mesures est la préparation des échantillons. Leur taille doit être de l'ordre du millimètre, en particulier pour le bois final dont la largeur est généralement très faible. La résolution des appareils de mesure doit donc être adaptée à cette échelle. Ils sont donc aujourd'hui beaucoup plus appropriés. En 1962, Boutelje [41] avait dû par exemple coller des fragments de tissu cellulaire pour pouvoir faire des mesures de retrait. De plus, la préparation doit altérer le moins possible la structure et les propriétés des échantillons. La question du collage est ainsi non négligeable. Ainsi, les échantillons massifs de bois initial et de bois final sont aujourd'hui privilégiés. Pour des mesures par microscopie optique, des solutions telles que celle de Perré et al. (2007) [47] ont été mises en place. Les outils d'analyse en volume, comme la microtomographie aux rayons X, où la préparation des échantillons est beaucoup plus succincte, prennent alors un intérêt important [33] [48] [49]. Enfin, les techniques de mesure à distance (non destructive) telles que la corrélation d'images 2D et 3D permettent des mesures sur des échantillons massifs, en surface et en volume respectivement. L'évolution des techniques de mesure est bien visible à travers la bibliographie et montre de grands progrès en termes de précision de mesures, d'informations fournies (mesures 3D), de pertinence de la mesure (échantillons non dégradés par la préparation) et de mesures *in-situ* (caractérisation de la structure et du comportement hygromécanique en même temps).

Comparaison des comportements entre le bois initial et le bois final

La majorité des études est en accord sur la différence de comportement hygromécanique entre le bois initial et le bois final, quelles que soient les techniques de mesures utilisées. Une synthèse des mesures de déformations hygromécaniques est fournie dans le Tableau 1.7. Des synthèses plus anciennes peuvent être trouvées par exemple dans Skaar (1988) [24]. Les études récentes ont été sélectionnées préférentiellement dans ce tableau. En réponse à une sollicitation hydrique, le bois initial se déforme de manière anisotrope avec $\varepsilon_T > \varepsilon_R$, tandis que bois final se déforme de manière quasi-isotrope ($\varepsilon_T/\varepsilon_R \approx 1$). Le ratio d'anisotropie du bois final est, selon les travaux, légèrement supérieur ou inférieur à 1. Comme l'ont montré Perré et al. (2007) [47], cette valeur semble être dépendante de la position radiale de prélèvement avec, en fin de cerne, une anisotropie inversée ($\varepsilon_T/\varepsilon_R < 1$).

En revanche, la différence d'amplitude des déformations tangentielles entre le bois initial et le bois final semble être moins claire dans la littérature. Elle est quantifiée dans le Tableau 1.7 par le ratio $\varepsilon_T(BF)/\varepsilon_T(BI)$. Ce rapport des déformations tangentielles est très important car c'est lui qui va être à l'origine de la présence d'interactions ou non entre les deux types de bois. Alors que la plupart des échantillons ont des déformations tangentielles plus élevées dans le bois final que dans le bois initial, deux échantillons d'épicéa relevés dans ce tableau se déforment de la même quantité. De plus, parmi les échantillons qui ont montré une différence, le ratio $\varepsilon_T(BF)/\varepsilon_T(BI)$ varie de 1,3 à 2,9. Il est plus élevé dans les échantillons de Douglas mais la quantité de données est insuffisante pour conclure quant à cette observation. Les cernes du Douglas sont généralement plus larges que pour les autres essences, ce qui pourrait peut-être expliquer cette différence car il est alors possible de faire des prélèvements de bois initial et de bois final dans des zones plus distinctes du cerne. Ainsi, il existe une ambiguïté sur les résultats car la séparation entre le bois initial et le bois final est progressive. Les zones de prélèvement peuvent donc influencer les valeurs mesurées. Les mesures locales sont donc très intéressantes pour connaître la position réelle de la mesure.

Tableau 1.7 – Synthèse de mesures expérimentales des déformations hygromécaniques radiales et tangentielles et du ratio d'anisotropie T/R d'échantillons de bois initial et de bois final isolés.

Références	Essence	Taille [mm²] (RxT)	HR_i - HR_f [%]	Bois initial			Bois final			$\varepsilon_T(BF)/\varepsilon_T(BI)$
				ε_T [%]	ε_R [%]	$\varepsilon_T/\varepsilon_R$ [-]	ε_T [%]	ε_R [%]	$\varepsilon_T/\varepsilon_R$ [-]	
Boutelje 1962 [41]	Pin	3000x3000*	saturé-0	7,2	2,9	2,5	-	-	1,2	-
Quirk 1984 [50]	Douglas	-	saturé -0	6,6	0,6	6,4	14,4	14,2	1,0	2,2
Watanabe et al. 1998 [51]	Pin de Monterey	5 x 5	saturé-0	5,5	2,5	2,2	8,0	7,2	1,1	1,4
Perré et al. 2007 [47]	Douglas	0,7 x 0,7	saturé-50	2,8	1,2	2,3	8,1	8,2	1,0	2,9
Perré et al. 2007 [47]	Epicéa	0,7 x 0,7	saturé-50	5,4	2,1	2,5	8,3	5,9	1,4	1,5
Derome et al. 2011 [33]	Epicéa	0,5 x 0,5	25-85	3,1	1	3,1	4,4	3,4	1,3	1,4
Patera et al. 2013 [48]	Epicéa	0,5 x 0,5	15-80	5,5	3,2	1,7	5,4	5	1,1	1,0
Almeida et al. 2014 [52]	Epicéa	5 x 5	30-100	2,9	1,6	2,0	3,9	4,6	0,9	1,3
Almeida et al. 2014 [52]	Epicéa	5 x 5	30-100	5,0	1,9	2,8	5,0	7,1	0,7	1,0

*Fragments collés

4. Relations comportement hygromécanique – structure

Un état de l'art sur les relations entre le comportement hygromécanique et la structure est proposé dans cette partie afin de mettre en évidence les enjeux et les difficultés de ce sujet. Un premier paragraphe a pour objectif de montrer l'intérêt d'étudier les déformations longitudinales du bois bien qu'elles soient souvent non considérées dans la littérature. Une synthèse sur les études visant à comprendre pourquoi le bois initial et le bois final ont un comportement hygromécanique différent est ensuite effectuée. Enfin, un état de l'art sur les interactions entre le bois initial et le bois final et leur impact sur le comportement à l'échelle macroscopique est proposé.

4.1. Déformations longitudinales

4.1.1. Historique et intérêt de leur prévision

Peu de travaux actuels sur le comportement hygromécanique du bois normal semblent porter un intérêt sur les déformations longitudinales. Leur faible amplitude par rapport aux déformations dans le plan transverse conduit souvent à les négliger dans les calculs et à ne pas les mesurer expérimentalement. Pourtant, cette composante a été un sujet de recherche très en vogue entre 1930 et 1980 et est aussi étudiée dans le cadre de recherches sur le comportement du bois de réaction.

En 1930, une note technique du *Forest Products Laboratory* (*USDA Forest Service*) est publiée pour montrer la nécessité de connaître finement les déformations longitudinales du bois [53]. En guise d'introduction, la négligence systématique des déformations longitudinales est résumée par : *« As a rule, the user does not need to make particular allowance for the longitudinal (lengthwise) shrinkage of wood […] »*. Elle établit alors une liste de tous les cas où la composante longitudinale du retrait du bois risque d'être non négligeable et doit être prise en compte dans la mise en œuvre des bâtiments : bois de compression, densité du bois anormalement faible, proportion de bois initial élevée, bois juvénile, arbre à croissance très rapide et orientation du fil du bois anormale. Cette note technique met aussi en garde sur les variations longitudinales de grandes pièces de bois.

A la suite de ces publications, de nombreux travaux de recherche sur l'origine et la prévision du retrait longitudinal du bois sont menés. Le développement et la forte demande des produits de construction en bois « composites » tels que le lamibois (LVL *Laminated Veneer Lumber*) et le contreplaqué (*plywood*) à la suite de la Seconde Guerre Mondiale suscite un nouvel intérêt sur ce sujet de la part des ingénieurs et architectes [54].

4.1.2. Origine de l'instabilité longitudinale

Plusieurs explications de l'instabilité longitudinale ont été proposées. Le premier paramètre structural corrélé aux déformations longitudinales a été la densité, qui est un paramètre facile à mesurer, mais qui englobe de nombreux autres paramètres de la structure du bois. Une évolution décroissante entre les déformations longitudinales et la densité du bois a ainsi été mise en évidence par Koehler et Luxford [55]. Comme il avait été montré que le bois initial se déforme plus que le bois final [53], l'existence de cette relation a été attribuée à la proportion de bois initial. Cependant, cette explication a été rapidement remise en question car la densité s'est avérée être un indicateur

insuffisant pour prévoir finement l'amplitude des déformations longitudinales [54]. Les mécanismes de déformations longitudinales ont ensuite été expliqués à des échelles subcellulaires.

Boutelje (1962) [41] a attribué la faible amplitude des déformations longitudinales à la structure de la paroi, constituée de couches successives tangentielles à la paroi. La majorité de l'eau viendrait s'adsorber entre les lamelles de microfibrilles de cellulose alors que le reste irait dans les zones amorphes entre les microfibrilles. Dans sa théorie, l'effet de l'AMF ne serait donc pas l'effet dominant.

Cette théorie a été controversée par Barber et Meylan (1964) [56] qui ont montré à l'aide d'un modèle micromécanique que l'AMF est le facteur dominant qui influence la stabilité longitudinale. Commençant par prendre en compte uniquement la couche S2, la paroi cellulaire est alors modélisée par un matériau composite unidirectionnel dans lequel les microfibrilles de cellulose jouent le rôle des renforts. Dans leur modèle, l'eau vient s'adsorber dans la matrice d'hémicelluloses et de lignine, considérée comme un matériau isotrope. Une forte corrélation entre les déformations longitudinales et l'AMF est démontrée (Figure 1.21a). La relation entre ces deux paramètres n'est pas linéaire et dépend du ratio entre la rigidité des microfibrilles de cellulose et celle de la matrice. Jusqu'à un AMF d'environ 30°, les déformations longitudinales sont relativement faibles et deviennent négatives si le ratio des rigidités est élevé. A partir de 30°, ces déformations augmentent fortement avec l'AMF. Ce modèle a été complété par la suite, en ajoutant la couche S1 [57] puis la totalité des couches pariétales [58]. Enfin, les propriétés physiques et mécaniques des constituants chimiques de la paroi ont aussi été prises en compte dans ce modèle [59]. Des observations expérimentales ont confirmé l'effet de l'AMF sur les déformations longitudinales [60] (Figure 1.21b).

C'est cette dernière théorie qui est aujourd'hui généralement considérée : l'amplitude des déformations longitudinales est fortement liée à l'AMF dans la paroi S2. La haute rigidité axiale des microfibrilles permet de restreindre les déformations de la paroi cellulaire dans cette direction.

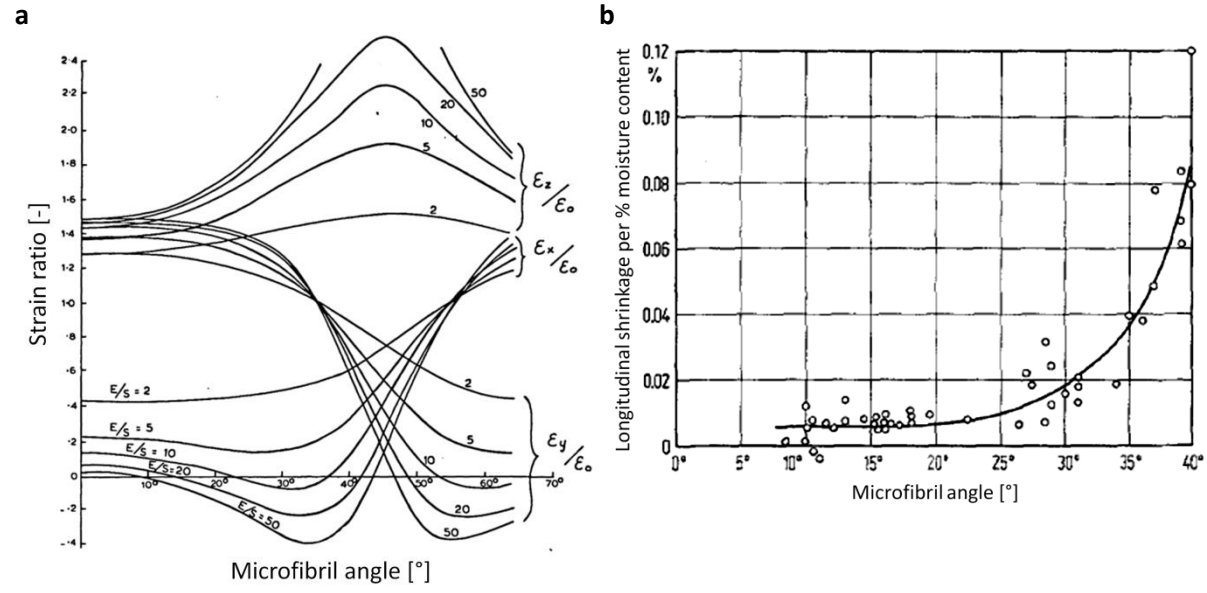


Figure 1.21 – (a) Evolution des déformations hygromécaniques de la paroi S2, ε_x (longitudinale), ε_y (tangentielle) et ε_z (radiale) (repère de la paroi), en fonction de l'AMF et du ratio entre les modules d'élasticité des microfibrilles (E) et de la matrice (S). ε_0 correspond aux déformations de la matrice isotrope (d'après Barber et Meylan (1964) [56]). (b) Mesures expérimentales de retrait longitudinal en fonction de l'AMF (d'après Meylan (1972) [60]).

4.1.3. Non-linéarité de la relation déformations longitudinales - teneur en eau

Le développement de la recherche sur les déformations longitudinales du bois a conduit à analyser leur relation avec la teneur en eau. Or, contrairement aux déformations radiales et tangentielles, qui sont en première approximation linéaires avec la teneur en eau, plusieurs auteurs ont montré que la relation entre les déformations longitudinales et la teneur en eau n'est pas linéaire. En 1932, Welch [61] (cité par Hann 1969 [54]) reporte ainsi une évolution irrégulière des déformations longitudinales avec la teneur en eau. Pendant le séchage du bois, du retrait et du gonflement ont été à la fois observés. Il attribue ce phénomène aux contraintes internes dans le matériau. De telles observations ont été de nouveau constatées notamment par Hann (1969) [54], Meylan (1972) [60], Goulet et Fortin (1975) [45], Hunt (1990) [62] et plus récemment, Abe (2006) [63].

La tendance générale de cette non-linéarité est, comme l'illustre la Figure 1.22, (i) la présence d'une légère expansion lors du séchage aux hautes teneurs en eau (retrait aux hautes teneurs en eau lors de l'humidification), (ii) la présence d'une hystérésis entre l'adsorption et la désorption qui diminue lorsque les déformations sont tracées en fonction de l'humidité relative et (iii) une quasi-linéarité de la relation pour le bois de compression. De plus, la non-linéarité est plus élevée pour des bois à faible AMF [63].

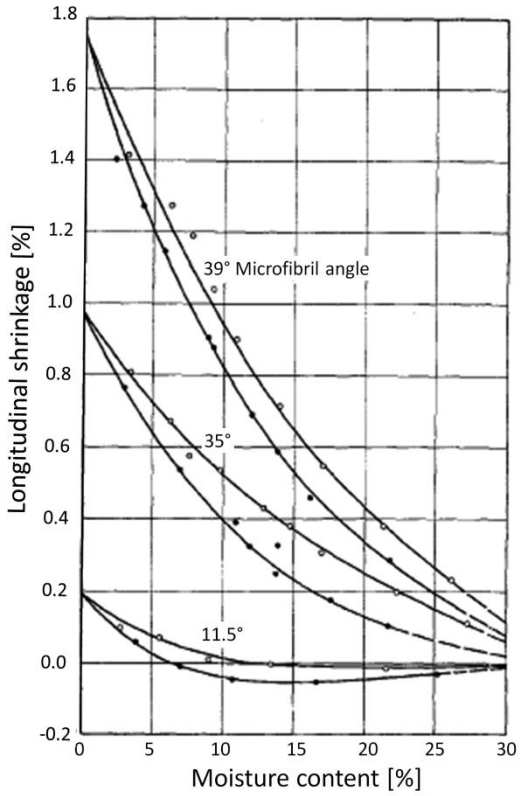


Figure 1.22 – Evolution des déformations longitudinales en fonction de la teneur en eau sur un cycle d'humidification-séchage pour des échantillons de Pin (*Pinus radiata*) avec différents AMF (d'après Meylan (1972) [60]).

L'évolution avec la teneur en eau du ratio entre la rigidité des microfibrilles de cellulose et celle de la matrice au sein de la paroi S2 a été proposée pour expliquer cette non-linéarité. En effet, seule la rigidité de la matrice diminuerait lorsque la teneur en eau augmente. Or, pour un AMF donné, le modèle de Barber et Meylan [56] prédit une diminution des déformations longitudinales lorsque le ratio augmente, voire des déformations négatives (Figure 1.21). Hunt (1990) [62] a proposé que deux types d'eau liée existent, ayant des effets spécifiques sur le comportement hygromécanique. Le type I

serait très lié aux déformations longitudinales tandis qu'il n'y aurait pas de relation entre le type II et les déformations longitudinales. Abe et Yamamoto (2006) [63] ont suggéré quant à eux que la non-linéarité est causée par la présence des zones amorphes dans les microfibrilles de cellulose. Au cours du séchage, l'eau dans la matrice serait la première à être désorbée et les déformations longitudinales ne pourraient avoir lieu à cause de la restriction induite par les microfibrilles. Lorsque l'eau située dans les zones amorphes des microfibrilles serait ensuite désorbée, un retrait des microfibrilles apparaîtrait.

4.2. Comportement hygromécanique multi-échelle dans le plan transverse

La structure multi-échelle rend la compréhension du comportement hygromécanique du bois très complexe. En particulier les différences de comportement hygromécanique entre le bois initial et le bois final restent encore peu comprises malgré une littérature abondante et ancienne et de nombreux désaccords sont présents dans la littérature.

Les facteurs les plus couramment étudiés dans le but de comprendre l'origine des différences de comportement des deux tissus sont les suivants :

- Rigidité dans la direction radiale renforcée par les rayons ligneux
- Morphologie et arrangement cellulaire
- Influence de la structure pariétale

4.2.1. Effet des rayons ligneux

Le rôle des rayons ligneux sur le comportement hygromécanique dans le plan transverse a été beaucoup discuté dans la littérature, en particulier pour comprendre l'origine de l'anisotropie RT du bois. Ce sujet a fait l'objet de nombreuses controverses qui ne sont pas toujours clarifiées aujourd'hui.

Le mécanisme de restriction du gonflement radial du bois par les rayons ligneux serait lié à (i) leur renforcement de la rigidité dans la direction radiale et (ii) leur faible gonflement radial, qui correspond à leur direction axiale. Cette théorie implique que la structure pariétale des rayons ligneux est organisée de la même manière que celle des trachéides pour les résineux, et des fibres pour les feuillus. En particulier, les microfibrilles de cellulose des rayons ligneux devraient être orientées dans une direction proche de la direction radiale.

Chez les feuillus, les travaux de la littérature semblent être d'accord pour confirmer l'effet non négligeable des rayons ligneux sur la restriction des déformations radiales, dans le cas d'essences qui ont des rayons ligneux larges telles que le chêne. Des mesures expérimentales de retrait et de gonflement sur des échantillons avec différentes proportions des rayons ligneux ont été effectuées et ont montré que leur présence entraine une diminution des déformations dans la direction radiale [41] [24] [64] [49]. Des mesures locales au sein d'échantillons ont aussi été réalisées par Taylor et al. (2013) [49] à partir d'images de microtomographie aux rayons X.

En revanche, chez les résineux, aucun consensus ne semble être trouvé et des résultats contradictoires existent. Les rayons ligneux sont en plus faible proportion que chez les feuillus (≈ 5%). Ainsi, Boutelje (1962) [41] a montré son désaccord quant à l'effet des rayons ligneux sur l'anisotropie RT chez les résineux en effectuant des mesures de retrait sur des tissus de bois initial et de bois final avec et sans rayons ligneux. Les coefficients d'anisotropie ne présentent pas de différences particulières dans les deux types d'échantillons comme le montre la Figure 1.23. Son protocole de préparation des échantillons pourrait cependant influencer les résultats car la taille des échantillons est obtenue par collage de fragments de tissus.

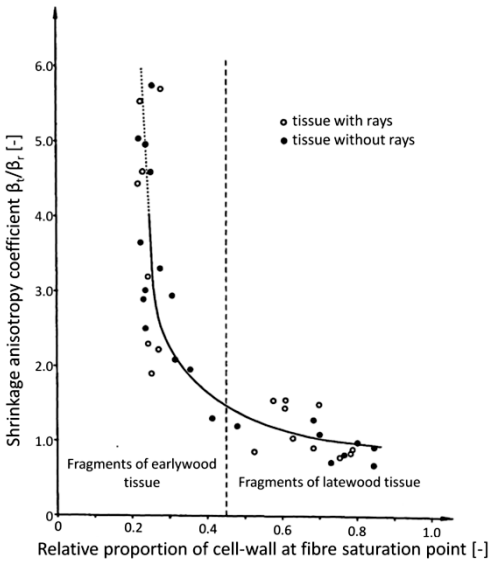


Figure 1.23 – Relation entre l'anisotropie de retrait dans le plan transverse et la densité de tissus de bois initial et de bois final avec et sans rayons ligneux (d'après Boutelje (1962) [41]).

A l'opposé, des travaux plus récents soutiennent l'effet des rayons ligneux chez les résineux [33] [65]. Patera (2014) [65] a étudié le comportement hygromécanique de l'épicéa à l'échelle cellulaire par microtomographie aux rayons X et mesures des déplacements globaux et locaux par la technique de recalage d'images (*affine and non-affine registration*). Les champs de déformations obtenus entre 15 et 85% HR (conditions d'adsorption) sont donnés dans la Figure 1.24. Un fort gradient des déformations radiales (Figure 1.24a) et des valeurs élevées des déformations équivalentes au niveau des rayons ligneux, en particulier dans le bois initial ont été constatés (Figure 1.24b). Ainsi, selon Patera (2014) [65], une restriction du gonflement radial par les rayons ligneux aurait lieu dans le bois initial dont les parois cellulaires sont fines et la porosité est élevée, mais pas dans le bois final. Cependant, une analyse quantitative semble nécessaire pour confirmer ces phénomènes d'interactions entre les rayons ligneux et le tissu cellulaire.

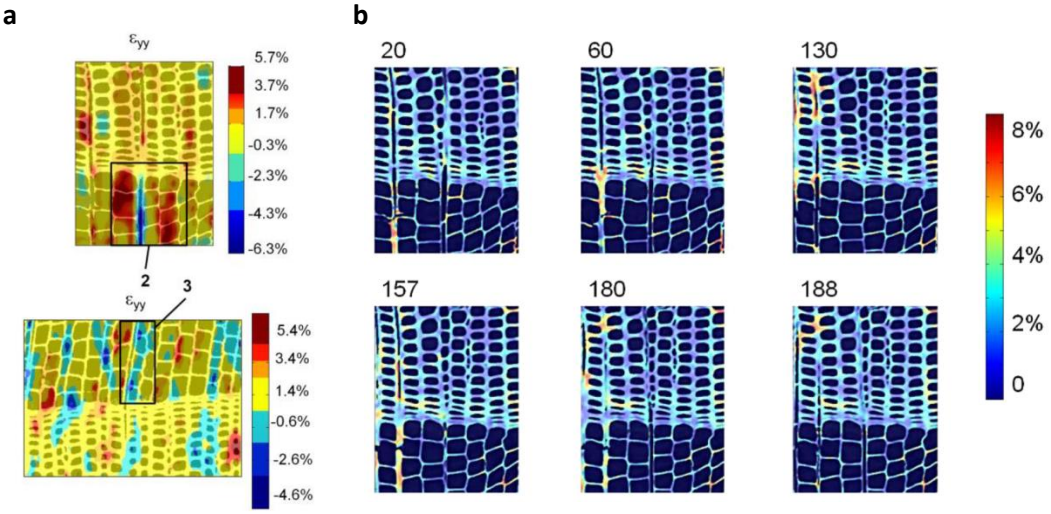


Figure 1.24 – Champs 2D des (a) déformations radiales et (b) déformations équivalentes des parois cellulaires de bois (épicéa) calculés par recalage d'images de microtomographie aux rayons X entre 15 et 85% HR pour différentes positions dans l'échantillon (le numéro des images correspond à une coupe à une position longitudinale) (Patera (2014) [65]).

Par ailleurs, des modèles adaptés à des structures de bois résineux ont été développés pour étudier et quantifier le rôle des rayons ligneux. L'effet de la fraction volumique des rayons ligneux a été mis en évidence par le modèle bi-phasique de Barkas (1941) [66] où le bois est vu comme un matériau constitué de trachéides et de rayons ligneux aux propriétés identiques. Il a été confirmé par un modèle plus complexe et multi-échelle mis en place par Koponen et al. (1991) [67] en prenant en compte la variation de géométrie des cellules de bois initial, de bois final et des rayons ligneux ainsi que les propriétés des parois cellulaires calculées à partir d'un modèle à l'échelle pariétale [68]. Dans un tout autre registre, Barber et Meylan (1964) [56] ont dérivé leur modèle pour analyser l'effet des rayons ligneux en ajoutant des microfibrilles de cellulose orientées dans la direction radiale. Le ratio d'anisotropie de retrait T/R ne serait augmenté que d'un facteur 1,45 en prenant une fraction volumique de « microfibrilles radiales » de 5%. Leur conclusion à propos des rayons ligneux est donc mitigée, d'autant plus que leur hypothèse considère une orientation purement radiale des microfibrilles dans les parois des rayons ligneux.

Ainsi, l'effet des rayons ligneux sur le comportement hygromécanique dans le plan transverse semble être confirmé pour les essences de feuillus dont les rayons ligneux sont larges. Pour les résineux, les conclusions des études expérimentales et théoriques sont mitigées. Les données expérimentales sont beaucoup moins abondantes que pour les feuillus du fait d'un échantillonnage plus délicat que chez les feuillus. L'autre méthode consiste à effectuer des analyses locales, de préférence en 3D du fait de la distribution spatiale des rayons ligneux, ce qui est beaucoup plus complexe. Enfin, la modélisation semble apporter des éléments essentiels pour quantifier le rôle des rayons ligneux, mais leurs propriétés et leur structure sont souvent considérées similaires à celles des trachéides car peu de données les concernant sont disponibles.

4.2.2. Morphologie et arrangement cellulaire

Outre les rayons ligneux, la morphologie et l'arrangement des cellules sont souvent proposées pour expliquer l'hétérogénéité intra-cerne du comportement hygromécanique. La dépendance des propriétés élastiques entre les directions radiales et tangentielles à l'échelle cellulaire a été démontrée à plusieurs reprises [39], mais la conclusion sur le comportement hygromécanique semble plus complexe.

De nombreux paramètres sont nécessaires pour définir quantitativement la morphologie des trachéides. Dans le plan transversal, ces paramètres sont généralement les diamètres radial et tangentiel du lumen, les épaisseurs des parois radiales et tangentielles, la forme des cellules ou encore les angles d'ouverture des cellules à forme hexagonale [50] [69] [70]. L'évolution de ces paramètres avec la teneur en eau a permis de montrer les mécanismes de déformations hygromécaniques à l'échelle des cellules et de montrer leur dépendance à la géométrie cellulaire.

Une cellule peut se déformer au niveau de sa paroi et au niveau de son lumen. Les termes attribués à chaque mode de déformation d'une cellule sont repris de Mariaux (1989) [69]. Ainsi, le retrait de la paroi selon son périmètre et son épaisseur sont respectivement appelés un rétrécissement et un amincissement tandis que la contraction correspond au retrait du lumen. Dans le cas d'un gonflement, les termes respectifs agrandissement, épaississement et dilatation seront employés.

Un consensus semble être trouvé quant à la différence d'amplitude entre le rétrécissement et l'amincissement de la paroi. Plusieurs auteurs ont montré que la paroi se déforme principalement dans son épaisseur [50] [69] [71] [72]. Cette observation concerne des cellules de bois initial et de bois final de résineux bien que Quirk (1984) [50] et Mariaux (1989) [69] constatent que ce phénomène est plus

fort pour les cellules de bois initial (ratio amincissement-rétrécissement plus élevé). Ces constatations indiquent que le comportement hygromécanique local de la paroi présente déjà une anisotropie plus élevée dans le bois initial que dans le bois final.

Les déformations du lumen semblent quant à elles plus complexes. Bien que le diamètre du lumen ait longtemps été supposé constant, des études ont constaté qu'il pouvait se déformer. L'amplitude des déformations du lumen est toutefois plus faible que celle du contour extérieur des cellules [69] [71]. Mariaux [69] en a déduit que « un périmètre externe et un périmètre interne qui n'ont pas le même taux de retrait sont déjà la preuve de propriétés complexes ». Quirk (1984) [50] a tout d'abord observé que le lumen des cellules de bois final diminue pendant le séchage alors que celui des cellules de bois initial augmente. Une anisotropie du comportement du lumen a été par ailleurs observée par Mariaux (1989) [69] et Murata & Masuda (2001a) [71]. De plus, l'évolution des déformations du lumen avec la teneur en eau est complexe. Ainsi, pour le lumen du bois final, trois modes de déformations différents ont été observés : retrait, gonflement ou absence de déformations [72] [73].

Par ailleurs, un changement de forme des cellules de bois initial en cours de séchage ou d'humidification a été plusieurs fois mis en évidence [71]. Pendant le séchage, une augmentation de l'angle situé entre les deux parois radiales a été observée et montre le passage d'une forme hexagonale à une forme rectangulaire [69] [51] [52] (Figure 1.25). Ainsi, les cellules de bois initial révèlent déjà à leur échelle une anisotropie du comportement hygromécanique. Watanabe et al. (1998) [51] ont mesuré un ratio T/R de 2,2 pour les cellules de bois initial et de 1,1 pour les cellules de bois final qui semblent quant à elles se comporter de manière isotrope.

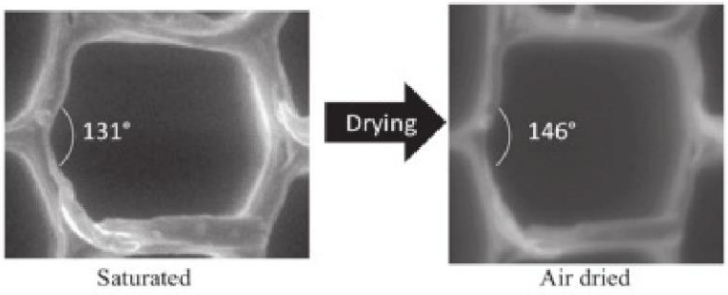


Figure 1.25 – Modification de la forme d'une cellule de bois initial au cours du séchage. Observation par microscopie électronique à balayage environnementale [52].

Une des causes proposées de l'anisotropie du comportement hygromécanique des cellules de bois initial a été l'arrangement du tissu cellulaire. Murata et Matsuda (2001) [71] ont suggéré que le changement de forme des cellules de bois initial résulte d'interactions entre cellules adjacentes. Almeida et al. (2014) [52] ont proposé qu'il soit lié à l'arrangement désordonné des cellules dans la direction tangentielle (parois tangentielles non alignées) contrairement aux parois radiales. L'effet de l'arrangement des cellules sur l'anisotropie R-T des tissus cellulaires a été montré à travers les simulations effectuées par Rafsanjani (2013) [70]. Notons qu'il montre que cette anisotropie à l'échelle cellulaire existe seulement si la paroi cellulaire elle-même se déforme de manière anisotrope. De nombreux autres auteurs tels que [50] [69] [52] ont aussi suggéré que l'hétérogénéité de la structure de la paroi et l'anisotropie de ses propriétés sont impliquées dans l'anisotropie R-T du comportement hygromécanique.

En conclusion, à l'échelle cellulaire, les déformations hygromécaniques ont principalement lieu selon l'épaisseur de la paroi cellulaire. Le lumen se déforme peu par rapport à la paroi et son comportement est complexe et reste peu compris. Ces observations montrent que la structure

hétérogène de la paroi a une influence sur le comportement hygromécanique des cellules et implique que le tissu cellulaire ne se déforme pas de manière homothétique. De plus, l'anisotropie RT du bois initial est déjà observée à l'échelle cellulaire à travers un changement de forme de la cellule. Les explications proposées sont l'intervention d'interactions entre cellules adjacentes ainsi que l'hétérogénéité de la structure pariétale.

4.2.3. Influence de la structure pariétale

Les observations à l'échelle cellulaire reflètent l'effet de la structure anisotrope de la paroi cellulaire, qui conduit à une différence de comportement des diamètres interne et externe des cellules et à un changement de forme des cellules de bois initial. Des différences de comportement entre les parois radiales et tangentielles sont aussi reportées.

Anisotropie du comportement hygromécanique de la paroi cellulaire

Seule la couche S2 est souvent prise en considération pour étudier le comportement de la paroi cellulaire du fait de sa proportion élevée. Barber et Meylan (1964) [56] ont commencé par modéliser le retrait de la paroi S2 et ont montré que les déformations de la paroi sont un peu plus élevées en épaisseur à partir d'un AMF de 10°, ce qui est en accord avec la plupart des mesures expérimentales effectuées à l'échelle cellulaire. Cependant, leur modèle ne suffit pas pour expliquer les déformations négatives du lumen observées dans la littérature et les différences importantes des déformations entre épaisseur et circonférence.

La structure multicouche de la paroi cellulaire – lamelle mitoyenne, paroi primaire et couches S1, S2 et S3 – semble alors avoir un effet sur le comportement hygromécanique de la paroi. Reprenons rapidement les propriétés de ces couches. La lamelle moyenne a une rigidité élevée et est très peu sensible à l'eau du fait de sa haute teneur en lignine. Murata et al. (2001b) [74] ont ainsi observé que les déformations hygromécaniques sont moins élevées dans la lamelle moyenne que dans le reste de la paroi. Les couches S1 et S3 sont juxtaposées à la couche S2 et la disposition croisée des microfibrilles, qui sont orientées quasiment à la perpendiculaire de la direction longitudinale de la trachéide, limite les déformations selon le périmètre de la paroi.

L'effet d'une couche contraignante au niveau du diamètre externe des cellules, illustrant l'effet de la lamelle moyenne et de la couche S1, a été modélisé par Barber 1968 [57] en se basant sur la même théorie que son travail de 1964. Ses résultats montrent que les déformations du diamètre externe de la cellule diminuent légèrement lorsque cette couche est ajoutée alors que celles du diamètre interne (lumen) sont très fortement réduites voire deviennent négatives lorsque l'AMF de la paroi S2 est élevé. De plus, ces effets seraient plus élevés sur des parois cellulaires fines (bois initial). Barber suggère que la limitation des déformations du diamètre externe est compensée par des déformations négatives du diamètre interne. Rafsanjani et al. (2013) [75] ont quant à eux modélisé numériquement l'effet d'une gaine située au niveau du diamètre interne (S3) ou externe (lamelle moyenne + S1) de la cellule tout en prenant en compte la géométrie cellulaire. Plus la gaine est épaisse, plus le gonflement est empêché. De plus, plus le ratio entre les propriétés élastiques transverses de la couche S2 et de la gaine augmente, plus l'anisotropie RT de la cellule est élevée. Ils ont montré par ailleurs que si la paroi a un retrait isotrope, le comportement hygromécanique du tissu est isotrope, ou, dit autrement, l'anisotropie de retrait dans le plan transverse doit déjà être présente au sein de la paroi pour qu'une anisotropie à l'échelle cellulaire existe.

Ainsi, l'effet des couches S1 et S3 et de la lamelle moyenne semble avoir un impact sur le comportement hygromécanique de la paroi cellulaire en restreignant les déformations hygromécaniques selon le périmètre de la cellule et pourrait ainsi expliquer la différence des déformations de la paroi entre son épaisseur et son périmètre. Le comportement complexe du lumen ainsi que l'évolution de la densité avec la teneur en eau seraient liés aussi à la structure composite de la paroi.

Différence de structure entre les parois radiales et tangentielles

La différence de propriétés entre les parois radiales et tangentielles des cellules a été proposée pour expliquer l'anisotropie RT du comportement à l'échelle cellulaire. L'AMF et la composition chimique, en particulier la teneur en lignine, sont les paramètres les plus souvent reportés.

Plusieurs études ont mis en évidence que l'AMF dans les parois radiales (de normale T) est plus élevé que dans les parois tangentielles [76] (cité par [56]) [77]. La concentration élevée des ponctuations dans les parois radiales par rapport aux parois tangentielles expliquerait cette différence d'AMF qui pourrait atteindre jusqu'à 15° [56]. Barber et Meylan (1964) [56] ont utilisé leur modèle pour analyser l'effet d'une différence AMF entre les deux parois sur l'anisotropie RT. Un AMF de la paroi radiale 1,5 fois plus élevé que celui de la paroi tangentielle induirait selon eux un ratio T/R du comportement hygromécanique de 1,75 à l'échelle des tissus. Gu et al. (2001) [77] ont quant à eux développé un modèle géométrique et rapportent des ratios T/R de 1,57 et 1,53 pour le bois final et le bois initial respectivement. Ces différences entre les parois R et T induiraient donc une anisotropie similaire pour les deux types de bois bien que leur comportement macroscopique soit différent. Cependant, ces modèles ne prennent en compte que la paroi S2.

Enfin, les parois radiales pourraient être plus lignifiées que les parois tangentielles [24]. Comme discuté précédemment, la teneur en lignine joue un rôle du fait de sa rigidité et de son hygroscopicité. Cette hypothèse serait donc à l'origine de déformations hygromécaniques plus faibles de la paroi radiale que dans la paroi tangentielle.

Ainsi, cette partie montre que l'ensemble des échelles intervient dans les mécanismes de déformation des tissus cellulaires. La combinaison de plusieurs mécanismes pourrait ainsi être à l'origine des différences de comportement entre le bois initial et le bois final. Cependant, il n'y a pas de fort consensus trouvé sur ce sujet. De nombreuses études se focalisent sur une échelle particulière, mais une approche multi-échelle semble plus appropriée à cette problématique.

4.3. Interactions bois initial-bois final

La partie précédente a essayé de montrer quels facteurs pouvaient expliquer les comportements hygromécaniques différents du bois initial et du bois final, un enjeu d'autant plus important que ces différences sont à l'origine d'interactions entre ces deux tissus, influençant le comportement à l'échelle macroscopique. Ainsi, cette partie vise à faire un état de l'art des études sur les interactions entre le bois initial et le bois final, ainsi que sur la prévision du comportement aux échelles supérieures.

4.3.1. Influence sur le comportement hygromécanique

Les interactions entre le bois initial et le bois final ont été proposées pour expliquer l'anisotropie R-T du comportement hygromécanique du bois à l'échelle du cerne ou de plusieurs cernes. Ce postulat

remonte au début du XX^{ème} siècle [24]. Il est basé sur l'hétérogénéité du cerne qui peut être modélisé, de manière simplifiée, par un matériau composite bicouche dont les constituants sont le bois initial et le bois final. Ces deux constituants ont des propriétés mécaniques et des coefficients d'hygroexpansion différents. Par conséquent, leur réponse à une sollicitation hydrique (variation de teneur en eau) n'est pas la même. Dans la configuration couplée, ces deux matériaux seraient libres de se déformer dans la direction radiale du fait de leur arrangement en série, tandis que dans la direction tangentielle, la compatibilité des déplacements imposerait des interactions entre le bois initial et le bois final.

Il a tout d'abord été proposé que le bois initial soit forcé de se déformer autant, dans la direction tangentielle, que le bois final, dont les propriétés mécaniques et la densité sont élevées [24]. Les déformations radiales globales seraient quant à elles une pondération des déformations radiales des deux constituants.

Des analyses du comportement hygromécanique du bois initial et du bois final isolés ont cependant révélé que les différences n'existaient pas qu'au niveau de l'amplitude des déformations, mais aussi dans leur anisotropie. Comme discuté précédemment, dans le plan transverse, le bois initial a un comportement anisotrope, avec des déformations tangentielles supérieures aux déformations radiales, tandis que le bois final a un comportement quasi-isotrope [41] [50] [51] [47] [33] [48] [52]. De plus, les études sur les déformations longitudinales ont montré que le bois initial se déforme plus que le bois final dans la direction longitudinale.

4.3.2. Caractérisation expérimentale du couplage

Des études ont été réalisées sur le comportement hygromécanique du bois initial et du bois final à travers des mesures de champ sur des échantillons constitués de plusieurs cernes, notamment au moyen de la technique de corrélation d'images numériques (DIC 2D) [78] [79] ou de la corrélation d'images volumiques (DVC) [80]. Le comportement des deux tissus résulte alors de déformations hydriques, supposées être des déformations libres, et des interactions mécaniques entre le bois initial et le bois final.

Dans cette configuration, les déformations tangentielles sont homogènes sur l'ensemble de l'échantillon alors que les déformations radiales sont hétérogènes et suivent l'évolution radiale de la densité dans l'échantillon [80] [81] [79] (Figure 1.26). L'uniformité de la composante tangentielle montre que le bois initial et le bois final se déforment de manière identique dans cette direction. La théorie généralement proposée est que le bois initial est forcé de suivre le bois final dont les cellules ont des parois plus épaisses et sont plus rigides [81]. Au contraire, les déformations radiales sont plus élevées en fin de cerne, au niveau du bois final, et plus faibles dans les zones de bois initial. Ces résultats sont en adéquation avec les mesures effectuées sur les deux tissus isolés où $\varepsilon_R(BI)<\varepsilon_R(BF)$. Dans la direction radiale, les constituants du cerne sont libres de se déformer. Les seules contraintes sont liées aux effets de Poisson.

La différence d'anisotropie du comportement hygromécanique entre le bois initial et le bois final a été analysée par ces auteurs à travers les déformations moyennes de ces deux tissus déduites des mesures locales. Caré et al. (2013) [80] et Lanvermann et al. (2014) [79] ont trouvé des ratios d'anisotropie du bois initial de 2,9 et 3,9, et 1,0 et 1,3 pour le bois final. Cependant, les interactions entre les deux tissus sont prises en compte dans ces mesures qui sont réalisées sur des échantillons de plusieurs cernes. L'anisotropie du bois initial est donc amplifiée par rapport aux mesures effectuées sur les deux tissus isolés. Le bois final semble, quant à lui, conserver sa quasi-isotropie transverse dans les deux configurations.

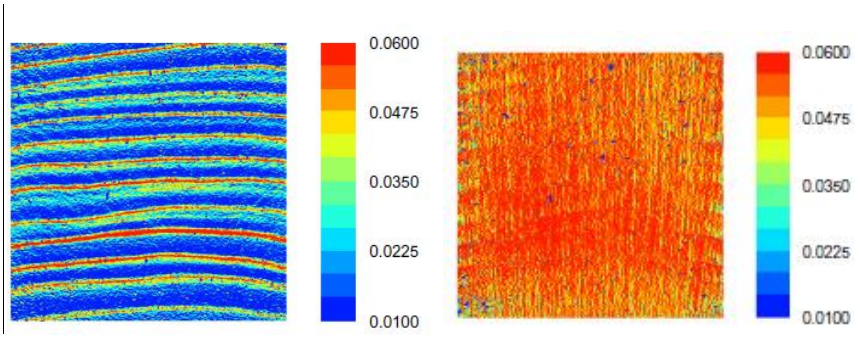


Figure 1.26 – Champs des déformations radiales (gauche) et tangentielles (droite) dans un échantillon multi-cernes (Rafsanjani et al. (2013) [81]).

4.3.1. Modélisation du couplage du bois initial et du bois final

De nombreuses mesures de retrait et de gonflement ont été effectuées sur des échantillons de bois initial et de bois final isolés, ou sur des échantillons de plusieurs cernes. Rares sont les études qui font des mesures sur des échantillons isolés et couplés sur les mêmes échantillons ou issus d'une zone de prélèvement très proche. Lorsque c'est le cas, l'absence de mesures locales dans la configuration de plusieurs cernes limite les analyses sur les interactions entre le bois initial et le bois final. Ainsi, peu de travaux expérimentaux ont permis une analyse fine de ces interactions. Celles-ci sont donc généralement étudiées à travers la modélisation, analytique ou numérique, à partir des données expérimentales sur les constituants du cerne isolés.

Différents types de modèles ont été mis en place pour comprendre et quantifier l'effet des interactions entre le bois initial et le bois final [24] [43] [51] [81] [79]. Les premières théories ont consisté à modéliser le cerne en 2D (plan transverse) avec la loi des mélanges. Le cerne est alors vu sous la forme d'un matériau composite bicouche, constitué de bois initial et de bois final dont les fractions volumiques respectives sont f_{BI} et f_{BF}. Dans ce cas, une hypothèse simplificatrice sur l'uniformité des déformations tangentielles est posée. Les expressions des déformations tangentielles et radiales sont, en supposant que $E_T = E_R$ et que $\nu_{RT}^{BF} = \nu_{RT}^{BI}$ (d'après Skaar 1988 [24]) :

$$\varepsilon_T^{hom} = \frac{f_{BF}E^{BF}\varepsilon_T^{BF} + f_{BI}E^{BI}\varepsilon_T^{BI}}{f_{BF}E^{BF} + f_{BI}E^{BI}} \tag{1.18}$$

$$\varepsilon_R^{hom} = f_{BF}\varepsilon_R^{BF} + f_{BI}\varepsilon_R^{BI} + \frac{f_{BF}f_{BI}\nu_{RT}(\varepsilon_T^{BF} - \varepsilon_T^{BI})(1 - \frac{E^{BF}}{E^{BI}})}{f_{BI} + f_{BF}\frac{E^{BF}}{E^{BI}}} \tag{1.19}$$

Ce même modèle a notamment été repris par Watanabe et al. (1998) [51] qui ont montré que l'interaction entre les deux types de bois, représentée dans ce modèle par le 3ème terme de l'expression de ε_R^{hom}, a une influence significative sur les prévisions. En particulier, l'anisotropie de retrait R-T du bois augmente lorsque ce terme est pris en compte. D'autres modèles analytiques de ce type ont été développés et une synthèse peut être retrouvée dans Botosso (1997) [43].

Les profils de densité intra-cerne des bois résineux [43] [78] ont montré que le passage du bois initial au bois final est progressif. Il est aujourd'hui courant d'ajouter un troisième constituant du cerne appelé bois de transition qui aurait un comportement intermédiaire à celui du bois initial et du bois final. Par ailleurs, la terminaison du cerne, qui correspond à un bois très dense, avec des cellules peu développées dans la direction radiale et aux parois très lignifiées, a révélé avoir un comportement

anisotrope inversé (ratio T/R <1) [47]. Ces études récentes mettent ainsi en évidence la présence d'au moins quatre constituants du cerne et montrent que la représentation du cerne par seulement deux constituants est insuffisante.

La modélisation du comportement hygromécanique du cerne en introduisant des constituants supplémentaires a été menée dans quelques travaux, mais qui restent relativement rares [43] [81] [79]. Lanvermann et al. (2014) [79] ont modélisé en 3D par la méthode des éléments finis le comportement hygromécanique d'un échantillon de plusieurs cernes en considérant trois constituants : le bois initial, le bois de transition et le bois final. Ils ont montré que l'anisotropie du comportement hygromécanique du cerne résulte d'interactions complexes entre le bois initial et le bois final, suggérant que la représentation du cerne par seulement trois constituants n'est pas suffisante.

Botosso (1997) [43] a quant à lui pris en compte les variations locales de propriétés mécaniques et de retrait dans la direction radiale en se basant sur des profils microdensitométriques (radiographie aux rayons X). Il a constaté que la prise en compte des interactions mécaniques intra-cerne permet une amélioration de la prévision du comportement du bois. L'évaluation des contraintes mécaniques a montré que, dans le cas du séchage, les zones de bois initial sont sollicitées en compression alors que les zones de bois final sont sollicitées en traction (Figure 1.27). La proportion de bois final dans son échantillon étant faible, il a aussi observé des contraintes dans le bois final très élevées du fait de la résistance à la compression importante du bois initial. Il a alors suggéré la prise en compte des phénomènes de fissuration dans le bois final et de la présence de bois de compression pour améliorer la prévision du modèle.

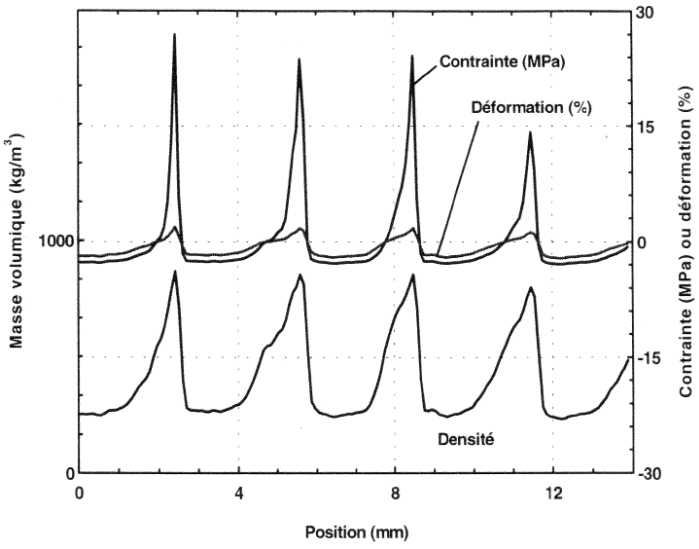


Figure 1.27 – Profils de contraintes internes et de densité dans un échantillon de plusieurs cernes [43].

Enfin, Rafsanjani et al. (2013) [81] ont construit un modèle micromécanique 2D prenant en compte l'évolution radiale de l'AMF, des paramètres géométriques des cellules, et de la densité. Ces données ont été mesurées expérimentalement sur un échantillon d'épicéa de plusieurs cernes. Leur modèle permet de retrouver les tendances du comportement hygromécanique local du bois en le comparant à des mesures expérimentales, notamment au sein d'un cerne. Les interactions entre le bois initial et le bois final ne sont pas discutées.

Les interactions entre le bois initial et le bois final semblent jouer un rôle prépondérant sur le comportement hygromécanique du bois à l'échelle macroscopique. Les premières représentations du cerne consistaient à le modéliser sous la forme d'un matériau composite bicouche. Cependant, elles ne semblent pas suffire à la description complète des interactions au sein du cerne pour assurer une bonne prévision. La prise en compte de constituants supplémentaires pour décrire le cerne a été proposée pour améliorer la prévision du comportement du bois.

5. Conclusion

La prévision des propriétés du bois est un enjeu majeur du fait de sa grande variabilité. Une meilleure compréhension des relations structure-propriétés est donc nécessaire, notamment en ce qui concerne les variations dimensionnelles du bois avec l'humidité relative de l'air ambiant. Cet objectif est rendu difficile du fait de la structure multi-échelle et anisotrope du bois, qui résulte du processus de croissance de l'arbre. Les interactions complexes entre l'eau et le bois, en particulier à l'origine du comportement hygromécanique ainsi que de la dégradation des propriétés mécaniques, ajoutent aussi de la complexité au sujet.

Le comportement hygromécanique du bois à l'échelle macroscopique est tout d'abord décrit par une forte anisotropie des déformations longitudinales, très faibles par rapport aux déformations dans le plan transverse. Souvent négligées, les déformations longitudinales peuvent dans certains cas être plus élevées et être à la source de problématiques de mise en œuvre. Etudiées surtout dans les années 1930-1980, elles sont toutefois très souvent délaissées alors que les mécanismes de déformations dans cette direction restent peu compris.

Par ailleurs, le comportement hygromécanique du bois est aussi anisotrope dans le plan transverse avec des déformations tangentielles environ deux fois supérieures aux déformations radiales. L'origine de cette anisotropie a été le sujet de nombreux travaux de recherche mais sa complexité en fait encore un sujet d'actualité. Les hypothèses proposées dans la littérature font intervenir la plupart des échelles du bois. Les études statistiques ne permettent pas la mise en place de relations précises entre la structure et les propriétés du fait de la variabilité. Les approches déterministes, de plus en plus utilisées, permettent d'affiner ces relations, et l'évolution des techniques expérimentales permet aujourd'hui de faire des mesures locales et en 3D. De plus, la mise en correspondance de la structure et des propriétés doit pouvoir être réalisée sur les mêmes échantillons ou sur des échantillons aux propriétés très proches pour limiter l'effet de la variabilité. Cette revue met aussi en avant des non-linéarités entre les déformations radiales et tangentielles et la teneur en eau.

Une forte hétérogénéité de la structure du bois apparaît au niveau de l'accroissement annuel, constitué, de manière simplifiée, de bois initial et de bois final. Leurs différences de structure et de propriétés, notamment en termes de comportement hygromécanique, ont été mises en évidence par la littérature. L'effet des interactions entre le bois initial et le bois final sur le comportement hygromécanique du bois est une hypothèse confortée par de nombreux travaux. La compréhension de ces interactions reste incomplète et il a été montré que la prise en compte de seulement deux constituants du cerne ne suffit pas pour prévoir le comportement du cerne.

Dans ce contexte, l'étude du comportement hygromécanique du bois proposée dans cette thèse cible l'échelle du cerne et des tissus constitutifs (bois initial et bois final). Une caractérisation

expérimentale macroscopique de la structure, des propriétés de sorption et du comportement hygromécanique d'échantillons de bois initial et de bois final de bois résineux (Douglas) sera tout d'abord réalisée sur plusieurs cernes (d'âge cambial différent) afin de caractériser le matériau d'étude de manière globale.

Chapitre 2 - Caractérisation du comportement hygromécanique à l'échelle du cerne

1. Introduction

Dans les bois issus d'essences des régions tempérées, une forte hétérogénéité de la structure et des propriétés au sein du cerne est présente, qui est souvent représentée par un matériau bicouche dont les constituants sont le bois initial et le bois final.

Sur cette considération, ce chapitre vise à comparer la structure et le comportement hygromécanique global du bois initial et du bois final de Douglas prélevés dans un même barreau. Les caractérisations effectuées ont aussi pour objectifs de discuter de la variabilité inter-cernes du bois à l'échelle des tissus, et d'étudier les relations structure-propriétés du bois dans le cadre du comportement hygromécanique.

Le matériau d'étude et la méthode d'échantillonnage sont dans un premier temps présentés et introduisent les différentes séries d'échantillons utilisées dans l'ensemble de cette étude. Les techniques de caractérisation et protocoles expérimentaux employés dans cette partie sont aussi exposés. Les résultats des caractérisations expérimentales de la structure et du comportement hygromécanique d'échantillons de bois initial et de bois final sont ensuite présentés et les relations entre la structure, les propriétés de sorption d'eau et le comportement hygromécanique sont finalement discutées.

2. Matériau et méthodes

2.1. Matériau

2.1.1. Choix de l'essence

Dans un premier temps, afin de faciliter l'analyse et la compréhension des mécanismes étudiés, le choix de l'essence se porte vers les résineux, dont la microstructure est plus élémentaire et homogène que celle des feuillus. L'étude est ainsi menée sur du Douglas (*Pseudotsuga menziesii* (Mirb.) Franco). La texture des cernes du Douglas (rapport largeur de bois final-largeur de cerne) est comprise entre 30 et 45% [82] et est conservée quelle que soit la vitesse de croissance de l'arbre. En prenant un arbre avec des cernes suffisamment larges, le Douglas est donc une essence idéale pour prélever des échantillons de bois initial et de bois final qui constituent le cœur de cette étude.

Par ailleurs, il est intéressant d'étudier le Douglas dans la situation actuelle des forêts françaises et de la filière bois. En effet, la ressource de Douglas représente 420 000 ha dans les massifs forestiers français, ce qui correspond à 4% parmi l'ensemble des essences (en volume de bois sur pied) et 11%

parmi les essences de bois résineux [3] (Figure 2.1). Introduite surtout après la Seconde Guerre Mondiale pour les campagnes de reboisement, l'arrivée à maturité de ces arbres implique une augmentation des sciages pour les années à venir [82]. La Figure 2.2 est un exemple d'une parcelle de Douglas située dans la région Centre et des grumes issues d'arbres arrivés à maturité. Le Douglas est également une essence recherchée pour la construction du fait de ses bonnes propriétés mécaniques et de sa durabilité naturelle qui permet son emploi sans traitement jusqu'en classe d'emploi 3-1 [83].

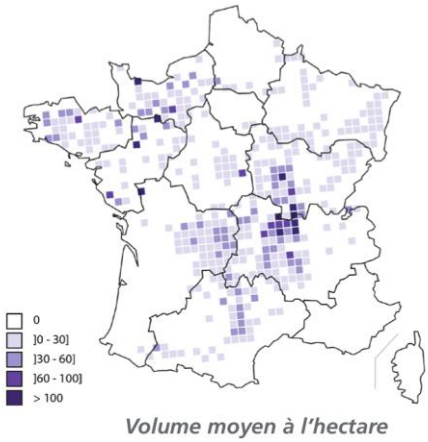


Figure 2.1 – Répartition du volume d'arbres sur pied de Douglas en France en 2016 [3].



Figure 2.2 – Le Douglas en région Centre. Arbres sur pied et grumes. Photo prise dans le cadre d'une formation FOGEFOR.

2.1.2. Prélèvements

Matériau d'étude

Un prélèvement très restreint est choisi pour cette étude car la variabilité élevée du bois peut limiter les interprétations de mesures expérimentales quand il s'agit de (i) comparer les propriétés et les structures de plusieurs échantillons et (ii) mettre en parallèle des propriétés mesurées avec différentes techniques expérimentales.

L'ensemble des échantillons utilisés dans cette étude a donc été prélevé dans un barreau découpé dans un plateau de cœur de Douglas originaire de la forêt d'Ecouves (Orne, France), abattu à l'âge de 58 ans (Figure 2.3). Le bois utilisé a subi un séchage naturel (séchage à l'air libre). Le barreau, dont la grande dimension est la direction radiale, a des dimensions longitudinale et tangentielle de 6 cm et 3 cm respectivement. Comme l'indique la Figure 2.3, deux parties du barreau opposées par rapport au cœur se distinguent et sont appelées dans cette étude côtés 1 et 2. Dans cette étude, le cerne 1 est situé au cœur de l'arbre et le cerne 58 est juxtaposé au cambium : ce sont respectivement les premier et dernier cernes produits par l'arbre. Les cernes < 11 du côté 2 ne peuvent pas être exploités à cause d'une dégradation du bois, certainement induite par une attaque fongique. Par ailleurs, le barreau présente une asymétrie par rapport au cœur : à partir du cerne 17, les cernes sont plus larges du côté 2 que du côté 1. Cette dissymétrie peut être due à la présence de bois de compression situé du côté 2 ou à un houppier (partie supérieure de l'arbre) asymétrique. Les cernes dans lesquels les échantillons ont été prélevés dans cette étude sont indiqués dans la Figure 2.3.

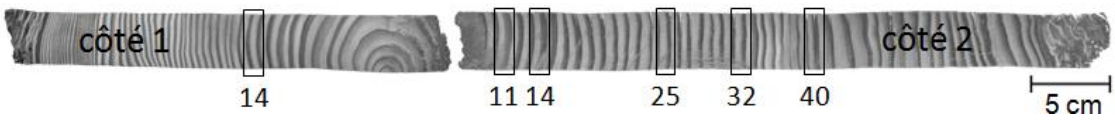


Figure 2.3 – Barreau découpé dans un plateau de cœur de Douglas utilisé pour l'ensemble des expériences de cette étude, fourni par l'INRA de Nancy (Julien Ruelle, LERFoB).

Echantillons

Trois séries d'échantillons ont été préparées, dont la taille est adaptée à la technique de mesure et à l'échelle d'analyse (Tableau 2.1). Deux types d'échantillon ont principalement été étudiés : bois initial (BI) et bois final (BF). Dans les chapitres 5 à 8 du mémoire, un échantillon de la taille d'un cerne (C) est aussi analysé. Les échantillons de bois initial et de bois final de la série B sont les principaux échantillons de la thèse, étudiés par Résonance Magnétique Nucléaire du proton (^{1}H RMN) et par microtomographie aux rayons X (µTRX), avec en parallèle la réalisation de mesures macroscopiques de teneur en eau et de déformations.

Pour des raisons de quantité de matière limitée, les échantillons des séries B sont prélevés du côté 1 du barreau et ceux des séries A et C du côté 2. La variabilité des propriétés existante entre les deux côtés du barreau est par la suite quantifiée et prise en compte dans les analyses.

Tableau 2.1 – Caractéristiques générales de chaque série d'échantillons.

	Série A	**Série B**	**Série C**
Type	BI; BF	BI; BF; CE	BI; BF
Taille (RxTxL) [mm³]	3x10x8	3x10x8 (BI; BF) 6x6x6 (C)	1x3x1
Cernes	11; 14; 25; 32; 40	14	14
Localisation	côté 2	côté 1	côté 2
Chapitres	2	2, 3, 4, 5, 6, 7	2
Techniques	Mesures macro. DRX*	µTRX** de laboratoire ^{1}H RMN*** Mesures macro. DRX	µTRX synchrotron
Essais	Hygromécanique Mesure d'AMF	Hygromécanique Sorption Mesure d'AMF	Caractérisation de la structure

* DRX : diffraction des rayons X

** µTRX : microtomographie aux rayons X

*** ^{1}H RMN : résonance magnétique nucléaire du proton

La position précise de chaque échantillon est illustrée dans la Figure 2.4. Cette méthode de prélèvement permet de travailler sur des échantillons appariés, c'est-à-dire à la structure semblable et avec *a priori* une faible variabilité des propriétés. Ainsi, il est possible de tester la reproductibilité des mesures en utilisant plusieurs échantillons appariés, ou encore de comparer les propriétés mesurées entre différents types d'échantillon (ex. bois initial-bois final). Enfin, les techniques expérimentales telles que la ^{1}H RMN et la µTRX ne permettent pas de faire une étude statistique avec un nombre élevé d'échantillons du fait de la disponibilité des outils, du temps de mesure ou de

l'analyse très lourde des données, d'où l'intérêt de travailler avec des échantillons rigoureusement prélevés et appariés.

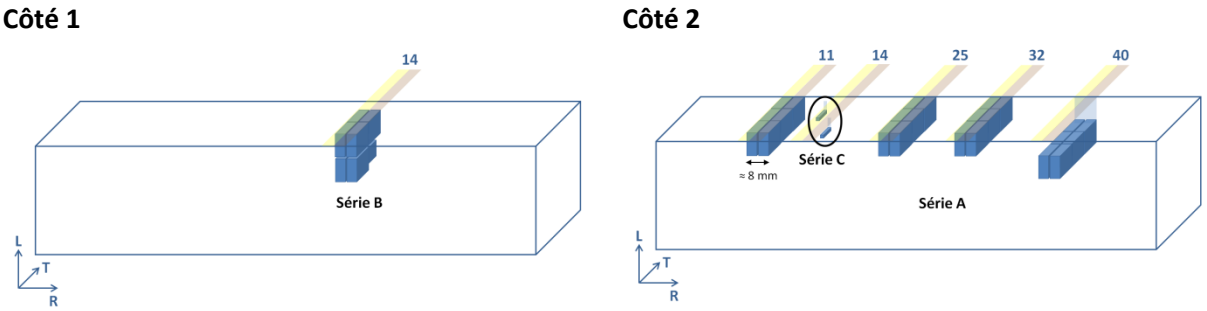


Figure 2.4 – Position des échantillons dans le barreau de Douglas. Le schéma n'est pas à l'échelle.

2.1.3. Préparation des échantillons

Séries A et B

La scie à fil diamanté est tout d'abord utilisée pour isoler les cernes étudiés du reste du barreau puis pour faire les découpes dans les différents plans RT (Figure 2.5). La séparation du bois initial et du bois final est obtenue par fendage avec un ciseau à bois de taille appropriée. Cette même technique est aussi utilisée pour parvenir à une taille d'échantillon légèrement supérieure à la taille finale souhaitée. L'intérêt du fendage est d'assurer une découpe le long des fibres du bois.

Enfin, les échantillons sont polis avec des disques de Carbure de Silicium (SiC) P500, de taille de grains moyenne d'environ 30 µm. Cette étape a pour objectifs de (i) atteindre progressivement la taille d'échantillon souhaitée, (ii) maximiser la planéité des échantillons pour permettre les mesures des échantillons avec un comparateur et (iii) éliminer un éventuel reste de matière d'un cerne voisin.

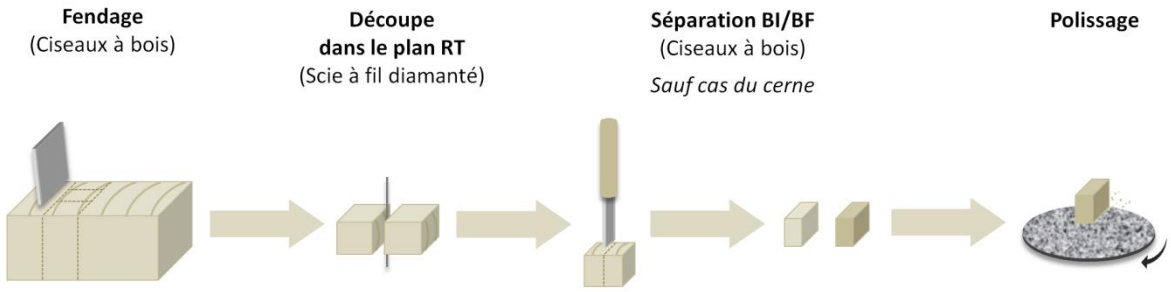


Figure 2.5 – Protocole de découpe des échantillons des séries A et B.

Séries C

La taille des échantillons étudiés par microtomographie aux rayons X synchrotron est millimétrique étant donnée la haute résolution souhaitée. Ainsi, les échantillons de la série C ont une taille de 1x3x1 mm^3 (RxTxL). Un protocole spécifique à ces échantillons est donc mis en place (Figure 2.6).

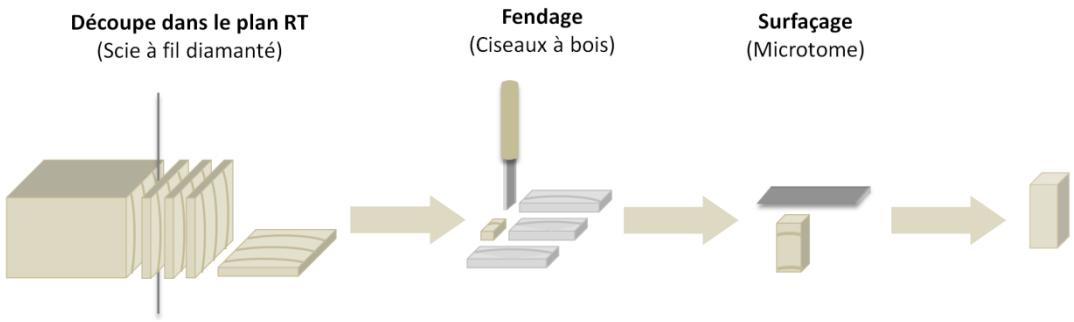


Figure 2.6 – Protocole de découpe des échantillons de la série C.

Des planchettes de normale L et d'épaisseur 1 mm sont découpées avec une scie à fil diamantée (Figure 2.7a). Les échantillons sont ensuite découpés par fendage avec un ciseau à bois. Un surfaçage final est effectué avec une lame d'acier montée sur un microtome (Figure 2.7b). Pour cette étape, un montage est mis en place afin de maintenir les échantillons – de très petite taille par rapport au dispositif initial – et de garder les faces des échantillons parallèles.

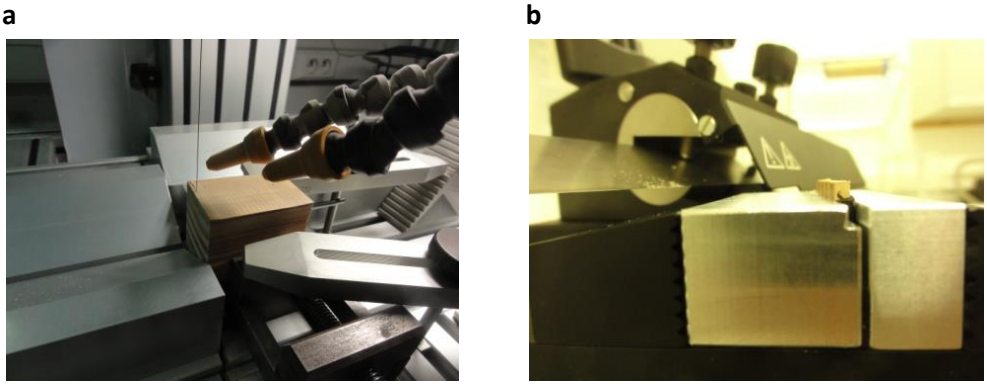


Figure 2.7 – Méthodes de découpe pour la série C. (a) Découpe de planchettes de normale L à la scie à fil diamantée. (b) Surfaçage au microtome.

2.1.4. Conditionnement des échantillons

Après un séchage à l'air libre, le barreau de bois a été conditionné dans une salle contrôlée en température à 19,9 ±0.2°C et dont l'humidité relative est d'environ 60 ±5% HR.

Une fois découpés, les échantillons sont ensuite soumis à un cycle hydrique commun, effectué à une température de 20°C (Figure 2.8). Ce cycle permet d'harmoniser l'histoire hydrique des échantillons car le comportement hygromécanique du bois dépend de son histoire hydrique, en particulier le premier cycle de séchage, à partir du bois vert, diffère des cycles suivants [13]. De plus, il permet de s'assurer que l'état hydrique des échantillons au début des expériences succède à une désorption, ce qui est important du fait de l'hystérésis. Pour ce faire, des enceintes hermétiques et des dessiccateurs contenant des solutions salines sursaturées sont utilisés (Tableau 2.4). Tout d'abord placés à 80% HR jusqu'à équilibre, les échantillons sont ensuite mis à 44% HR. Les séries A et B sont soumises en plus à au moins un cycle 2% HR - 97% HR, comme le montre la Figure 2.8.

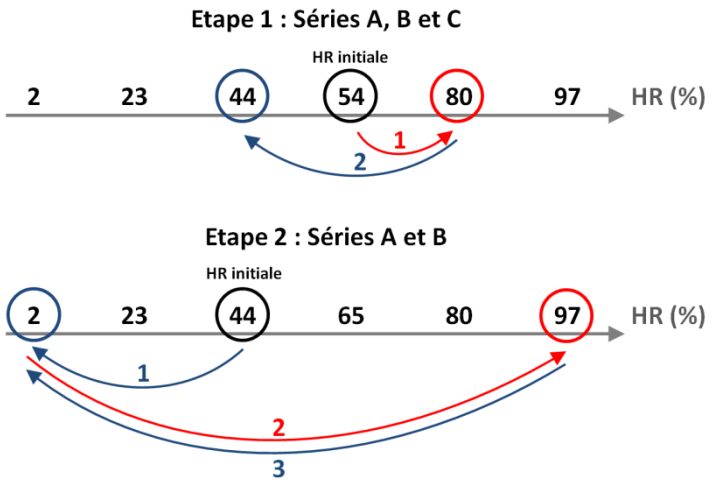


Figure 2.8 – Histoire hydrique imposée aux échantillons.

2.2. Méthodes

2.2.1. Mesures macroscopiques

Teneur en eau

La définition de la teneur en eau w a été donnée dans le Chapitre 1. Dans cette étude, les échantillons ne sont pas soumis à un séchage sous étuve à 103°C et l'humidité relative la plus faible à laquelle ils sont exposés est 2% HR, contrôlée à l'aide de gel de silice (Tableau 2.4). Pour déterminer la masse de bois anhydre m_0, des échantillons témoins de Douglas, non utilisés par la suite, ont subi ces deux traitements. L'exposition à 2% HR jusqu'à équilibre a permis d'obtenir leur masse $m_{2\%}$, puis le séchage en étuve à 103°C jusqu'à stabilisation de la masse a permis d'obtenir leur masse m_0. Ainsi, à partir de ces deux mesures, la teneur en eau dans le bois équilibré à 2% HR, $u_{2\%}$, peut être calculée. Cette teneur en eau témoin est utilisée pour extrapoler la masse anhydre des échantillons utilisés dans cette étude :

$$m_0[g] = \frac{m_{2\%}}{1 + 0{,}01 \times u_{2\%}} \tag{2.1}$$

Les teneurs en eau sont mesurées avec une balance SARTORIUS de résolution ± 0.0001 g. Les mesures sont effectuées dans une salle où la température est contrôlée et maintenue à 19,9 ±0.2°C et dont l'humidité relative vaut environ 60 ±5% HR. Les valeurs témoins de teneur en eau à 2% HR sont 2,71 % et 2,80% pour le bois initial et le bois final respectivement.

Les incertitudes sur la teneur en eau sont calculées à partir des équations suivantes :

$$du = \frac{\partial u}{\partial m_h} dm_h + \frac{\partial u}{\partial m_0} dm_0 \tag{2.2}$$

$$\text{d'où } \Delta u = \left[\frac{1}{m_0} \Delta m_h + \frac{m_h}{{m_0}^2} \Delta m_0 \right] \times 100 \tag{2.3}$$

Deux sources d'erreur prépondérantes sont relevées pour cette mesure.

- L'appareil de mesure (balance), dont la résolution est ±0,0001 g et qui nécessite une tare avant la pesée.

$$\Delta m_1 = 2 \times 0{,}0001 \text{ g} \tag{2.4}$$

- Les fluctuations de teneur en eau liées au protocole expérimental, telles que la durée de la mesure et la stabilité de l'humidité relative dans l'enceinte. Pour estimer ces fluctuations, plusieurs pesées ont été effectuées (≥ 3) dans les mêmes conditions expérimentales ; l'incertitude correspondante est alors l'écart-type de ces mesures.

$$\Delta m_2 = \frac{\sigma_{m_h}}{\sqrt{n}} \tag{2.5}$$

Finalement :

$$\Delta m = \Delta m_1 + \Delta m_2 \tag{2.6}$$

La moyenne des incertitudes sur la teneur en eau est donnée dans le Tableau 2.2 :

Tableau 2.2 – Incertitudes sur la teneur en eau du bois initial et du bois final.

	Bois initial	**Bois final**
Δm_1 [g]	0,0002	0,0002
Δm_2 [g]	0,0001	0,0001
Δu [%]	1,4	0,7

Déformations

Les déformations macroscopiques principales de la configuration humide par rapport à la configuration de référence, $\varepsilon_{R,h}$, $\varepsilon_{T,h}$ et $\varepsilon_{L,h}$, sont déterminées à partir des dimensions moyennes des éprouvettes $d_{R,h}$, $d_{T,h}$ et $d_{L,h}$ (équation (2.7)) en utilisant la définition des déformations donnée dans le Chapitre 1.

$$d_{i,h}\,[\text{mm}] = \frac{1}{n}\sum_{j=1}^{n}(d_{i,h})_j \tag{2.7}$$

où i = R, T ou L et j ϵ [1, n] est le numéro de point de mesure dans la direction i.

Les dimensions moyennes des éprouvettes sont mesurées avec un comparateur numérique de résolution ±0.001 mm (Figure 2.9). Plusieurs points de mesure sont effectués dans chaque direction. Leur nombre diffère selon la taille de l'échantillon. Pour rappel, ces mesures concernent les séries d'échantillons A et B. A noter que l'utilisation du terme « déformation » est un abus de langage car les mesures « ponctuelles » des dimensions sont réalisées par rapport à une surface de référence et non par rapport à un point. Par conséquent, la présence d'éventuelles courbures des échantillons ajoute une incertitude sur les mesures, en particulier sur les déformations radiales des échantillons en forme de plaque épaisse. Ces courbures seront quantifiées dans le Chapitre 7 au moyen de la µTRX. Les mesures obtenues seront aussi discutées et validées avec celles obtenues par corrélation d'images volumiques (comparaison faite pour la série B, Chapitre 6).

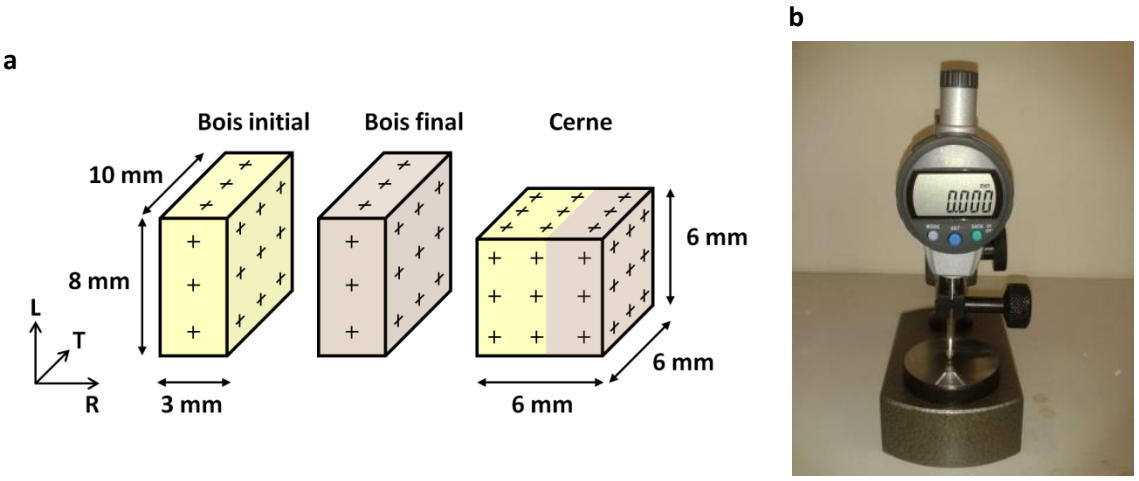


Figure 2.9 – Méthode de mesure des déformations macroscopiques. (a) Positions des mesures. (b) Comparateur.

Les déformations volumiques sont calculées de la même manière à partir du volume des échantillons humides et de référence donnés par :

$$V_h\ [mm^3] = d_{R,h} \times d_{T,h} \times d_{L,h} \tag{2.8}$$

$$V_0\ [mm^3] = d_{R,0} \times d_{T,0} \times d_{L,0} \tag{2.9}$$

Les incertitudes sur les déformations unidirectionnelles s'expriment par :

$$d\varepsilon_{i,h} = \frac{\partial \varepsilon_{i,h}}{\partial d_{i,h}} d(d_{i,h}) + \frac{\partial \varepsilon_{i,h}}{\partial d_{i,0}} d(d_{i,0}) \tag{2.10}$$

$$\Delta\varepsilon_{i,h} = \frac{1}{d_{i,0}} \Delta d_{i,h} + \frac{d_{i,h}}{{d_{i,0}}^2} \Delta d_{i,0} \qquad (d_{i,h}>0) \tag{2.11}$$

En faisant apparaître δd_i, différence de longueur entre les configurations humide et de référence :

$$\Delta\varepsilon_{i,h} = \frac{1}{d_{i,0}} \Delta\delta d_{i,h} + \frac{|\delta d_{i,h}|}{{d_{i,0}}^2} \Delta d_{i,0} \tag{2.12}$$

$$\Delta\varepsilon_{i,h} \approx \frac{1}{d_{i,0}} \Delta\delta d_{i,h} \quad \text{car} \quad \frac{|\delta d_{i,h}|}{{d_{i,0}}^2} \ll \frac{1}{d_{i,0}} \tag{2.13}$$

Les sources d'erreur prépondérantes sur les dimensions des échantillons sont :

- L'appareil de mesure dont la résolution est ±0,001 mm et qui nécessite une première mesure de la surface de référence d'où :

$$\Delta d_{i_1} = 2 \times 0{,}001 \text{ mm} \tag{2.14}$$

- Les incertitudes dues à l'erreur de positionnement de la mesure, à la stabilité de l'humidité relative dans l'enceinte et à la durée de la mesure. Deux mesures de déformations sont effectuées dans les mêmes conditions expérimentales pour évaluer ces incertitudes. Les fluctuations des dimensions entre les deux mesures sont calculées en chaque point. Finalement, l'incertitude est la moyenne de ces fluctuations.

$$\Delta d_{i_2} = \frac{1}{n}\sum_{j=1}^{n}(\Delta d_i)_j \tag{2.15}$$

Ainsi, l'incertitude totale sur les dimensions donne, étant donné que n mesures sont réalisées :

$$\Delta d_i = \frac{1}{\sqrt{n}}(\Delta d_{i_1} + \Delta d_{i_2}) \tag{2.16}$$

L'incertitude sur δd_i est alors :

$$\Delta\delta d_i = (\Delta d_{i,h} + \Delta d_{i,0}) \tag{2.17}$$

De manière similaire aux déformations unidirectionnelles, l'incertitude sur les déformations volumiques s'écrit :

$$\Delta\varepsilon_{V,h} \approx \frac{\Delta(\delta V)}{V_0} \tag{2.18}$$

Les incertitudes sur la mesure du volume et sur la variation de volume sont :

$$\Delta V = d_T d_L \Delta d_R + d_R d_L \Delta d_T + d_R d_T \Delta d_L \tag{2.19}$$

$$\Delta\delta V = \Delta V_h + \Delta V_0 \tag{2.20}$$

La moyenne des incertitudes sur les déformations est donnée dans le Tableau 2.3.

Tableau 2.3 – Incertitudes sur les dimensions des échantillons et sur les déformations du bois initial et du bois final.

	Bois initial				**Bois final**			
	R	**T**	**L**	**V**	**R**	**T**	**L**	**V**
ΔL_1 [mm]	0,07	0,07	0,07	-	0,07	0,07	0,07	-
ΔL_2 [mm]	0,0008	0,004	0,001	-	0,0009	0,003	0,0009	-
$\Delta\varepsilon$ [%]	0,1	0,1	0,06	0,3	0,1	0,09	0,05	0,3

Coefficients d'hygro-expansion

Le coefficient d'hygro-expansion défini dans le Chapitre 1 sera utilisé dans cette étude. L'incertitude sur sa mesure est obtenue par la loi de propagation des incertitudes à partir des incertitudes sur la teneur en eau et sur les dimensions des échantillons.

Densité

La densité du bois définie dans le Chapitre 1 sera aussi utilisée dans cette étude, ainsi que la densité du bois humide ρ_h définie par :

$$\rho_h\ [g.mm^{-3}] = \frac{m_h}{V_h} \tag{2.21}$$

Les incertitudes sur la densité sont obtenues par la loi de propagation des incertitudes à partir des incertitudes sur la masse et le volume des échantillons. A noter que la zone de prélèvement peut avoir une influence sur la densité macroscopique qui évolue selon la direction radiale (augmentation du bois initial vers le bois final). Une approche locale de la mesure de densité sera proposée dans le Chapitre 7.

2.2.2. Isothermes de sorption

Les isothermes de sorption permettent d'établir la relation entre l'humidité relative de l'air et la teneur en eau à l'équilibre dans le matériau étudié. Cette relation permet d'en déduire des informations sur les mécanismes et les énergies de sorption d'eau, notamment à l'aide de modèles théoriques tels que celui de Dent (1977) [29] (voir Chapitre 3).

Dans cette étude, les isothermes de sorption sont déterminées en mesurant la teneur en eau du bois équilibré à six humidités relatives espacées régulièrement dans tout le domaine hygroscopique : 2%, 23%, 44%, 65%, 80% et 97% HR. Ces mesures sont tout d'abord faites en adsorption puis, une fois l'humidité relative la plus haute atteinte (97% HR), des mesures similaires sont effectuées en désorption. Des paliers d'une durée d'une semaine au minimum sont imposés entre chaque humidité relative afin que les échantillons puissent atteindre leur équilibre. Des suivis de masse des échantillons ont été effectués au préalable pour s'assurer que cette durée est suffisante pour atteindre l'équilibre.

A l'exception de l'humidité 2% HR obtenue avec du gel de silice, des solutions salines sursaturées sont utilisées pour maintenir les enceintes de conditionnement à une humidité constante, qui dépend du sel utilisé (Tableau 2.4).

Tableau 2.4 – Sels ou composants chimiques et humidités relatives associées (valeurs théoriques pour T=20°C).

HR (20°C, P_{atm}) [%]	**Composant chimique**
2	Gel de silice
23	Acétate de potassium ($C_2H_3KO_2$)
44	Carbonate de potassium (K_2CO_3)
65	Nitrite de sodium ($NaNO_2$)
80	Sulfate d'ammonium ($H_8N_2O_4S$)
97	Sulfate de potassium (K_2SO_4)

Les sels sont très solubles dans l'eau du fait de leur polarité. La préparation de solutions salines sursaturées consiste à dissoudre dans l'eau distillée la quantité maximale de sel – équivalente à la solubilité. La réaction de dissolution est accélérée en chauffant et agitant la solution. Une fois saturée, un excès de sel est ajouté pour éviter la désaturation de la solution lors de désorption du bois. La solution saline est utilisée au minimum deux jours après sa fabrication afin que l'humidité relative dans l'enceinte dans laquelle elle se trouve soit bien stabilisée et que sa température soit équilibrée à celle du laboratoire.

2.2.3. Caractérisation de la microstructure

Détermination de la largeur des cernes et de leur texture

La largeur des cernes étudiés et leur texture sont déterminées à partir d'images du plan RT du barreau acquises avec une caméra avec une taille de pixel de 27 µm (Figure 2.3). Pour chaque cerne, trois mesures sont effectuées (à chaque extrémité et au milieu) avec un logiciel d'analyse d'images.

Détermination de la structure cellulaire

Des images de µTRX synchrotron acquises au centre de rayonnement synchrotron SOLEIL (France) (proposal n°20141433) sont utilisées pour une caractérisation qualitative de la structure des

échantillons. Le principe de la méthode est expliqué dans le Chapitre 5. Ces images ont été acquises avec une taille de voxel de 0,87 µm (grandissement x7,5) et une énergie de 25 keV. La durée des scans était de 6 minutes environ par image. Par ailleurs, des images de microscopie optique ont été acquises dans le cadre du stage de Rebecca Alacantara [84].

2.2.4. Mesure de l'angle des microfibrilles par diffraction des rayons X

Principe de la mesure

Les microfibrilles sont les seuls constituants du bois présentant un taux élevé de cristallinité. Semi-cristallines, elles sont constituées de plusieurs chaînes élémentaires de cellulose cristalline localement arrangées de manière ordonnée (Figure 2.10). Les zones ordonnées sont caractérisées par la présence de plans réticulaires. Les principales familles de plans sont (040) et (002) dont la normale est orientée dans la direction axiale et transverse des microfibrilles respectivement. L'arrangement des zones cristallines de la cellulose peut être étudié par Diffraction des Rayons X (DRX). En particulier, il est possible d'utiliser cette méthode pour déterminer l'angle des microfibrilles θ.

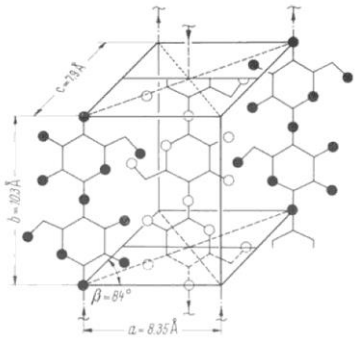


Figure 2.10 – Volume élémentaire de la Cellulose I [85].

D'après la relation de Bragg, pour un rayonnement monochromatique, des interférences constructives entre les rayons X diffractés n'apparaissent que pour des valeurs de l'angle de diffraction α liées à la longueur d'onde du rayonnement incident et à la distance entre les plans atomiques. Chaque famille de plans des microfibrilles est donc associée à des angles de diffraction caractéristiques α_n (un angle α par valeur entière n) [86] [87].

Une méthode courante pour mesurer l'angle des microfibrilles par DRX a été développée par Cave (1966) et améliorée par Yamamoto (1993) (cités par [87]), utilisant la technique de diffraction aux grands angles (WAXS). Un faisceau incident monochromatique de rayons X diffracte sur les plans réticulaires de la cellulose cristalline. Un détecteur plan placé derrière l'échantillon mesure l'intensité des rayons X diffractés par le bois. Le résultat se présente sous la forme d'un cliché de diffraction appelé diagramme de Debye-Scherrer sur lequel des tâches (cas d'un échantillon anisotrope) ou anneaux (cas d'un échantillon isotrope) de diffraction apparaissent.

Un diagramme de Debye-Scherrer typique du bois est présenté sur la Figure 2.11 où apparaissent les pics du 1er ordre des différentes familles de plans qui ont diffracté. Le signal prépondérant est associé à la famille de plans (002) dont la distance interréticulaire est de l'ordre de 3,91 Å [86]. Notons que la position des signaux selon l'angle azimutal ϕ – angle dans le plan du diagramme de Debye-Scherrer – dépend de l'orientation des microfibrilles par rapport au rayonnement incident. Dans le cas d'une poudre de cellulose, le signal de chaque plan s'étalerait sur la plage ϕ = [0,2π].

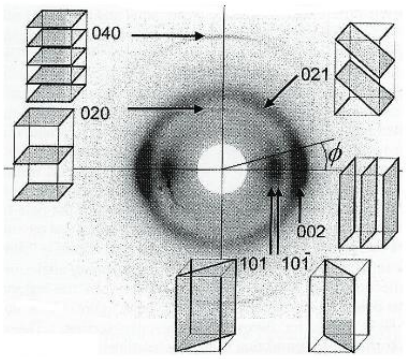


Figure 2.11 – Diagramme de Debye-Scherrer du bois [86].

La méthode de mesure de l'angle des microfibrilles proposée par Cave repose sur l'analyse de la distribution azimutale du signal situé à une distance r du centre du diagramme (en pratique entre r et r+dr). Ce signal est associé à une famille de plans réticulaires.

L'arrangement hélicoïdal des microfibrilles dans la paroi S2 résulte, dans un plan tangentiel ou radial, en orientations opposées des microfibrilles. Lorsque la direction longitudinale de l'échantillon est orientée perpendiculairement à la direction du faisceau incident, deux pics de diffraction apparaissent sur le cercle de rayon r, chacun associé à une de ces deux orientations. Si l'angle des microfibrilles est faible, un unique pic de diffraction étalé apparaît. La Figure 2.12 montre un exemple de signal de diffraction situé à une distance comprise entre r et r+dr du centre du diagramme en fonction de l'angle azimutal.

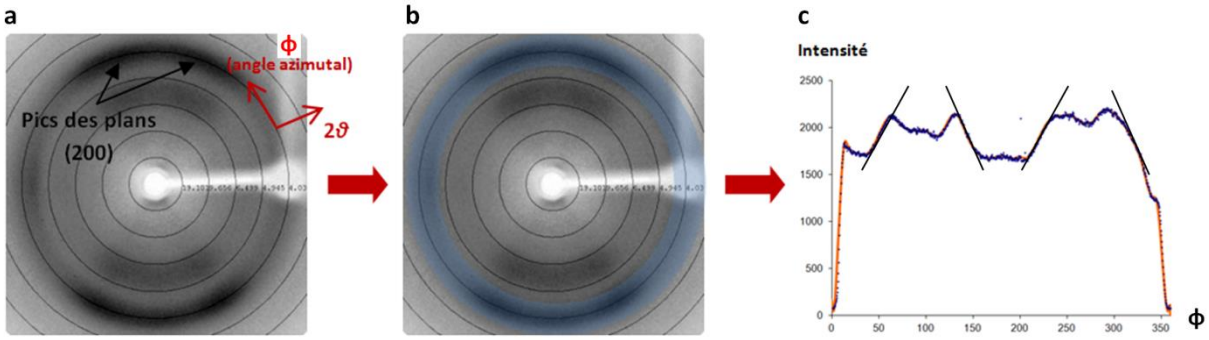


Figure 2.12 – Signal de diffraction intégré sur une couronne de rayons r et r+dr en fonction de l'angle azimutal ϕ. (a)Diagramme de Debye-Scherrer. (b) Intégration du signal selon 2θ pour ϕ de 0 à 360°. (c) Intensité du signal diffracté intégré sur 2θ en fonction de l'angle azimutal ϕ.

Dans la méthode développée par Cave (1966), l'angle des microfibrilles est déterminé par :

$$\theta = 0{,}6T \qquad (2.22)$$

où est T un paramètre correspondant à la moitié de la distance entre les deux tangentes des points d'inflexion des pics de diffraction.

Protocole expérimental

Les mesures de DRX sont effectuées avec un diffractomètre OXFORD DIFFRACTION (Figure 2.13) dans le cadre d'une collaboration avec le Laboratoire de Mécanique et Génie Civil (LMGC) de Montpellier soutenue par le GDR 3544 Sciences du Bois (essais réalisés avec Cédric Montero, LMGC). Les essais ont été réalisés à l'Institut Européen des Membranes (IEM). La tension d'accélération des rayons X est de 40 kV et l'intensité du faisceau 40 mA. La longueur d'onde des rayons X est λ = 1,54 Å

(anticathode en Cuivre, raie Kα), soit une énergie d'environ 8 keV. Le faisceau du rayonnement incident a un diamètre D de 0,8 mm. L'angle des microfibrilles mesuré est donc moyenné sur le volume suivant :

$$V_{analysé} = \pi \frac{D^2}{4} e \tag{2.23}$$

où e est l'épaisseur de l'échantillon traversée. Le traitement des mesures repose sur l'analyse de la distribution selon l'angle azimutal ϕ de l'intensité du signal des rayons X diffractés par les plans atomiques (200).

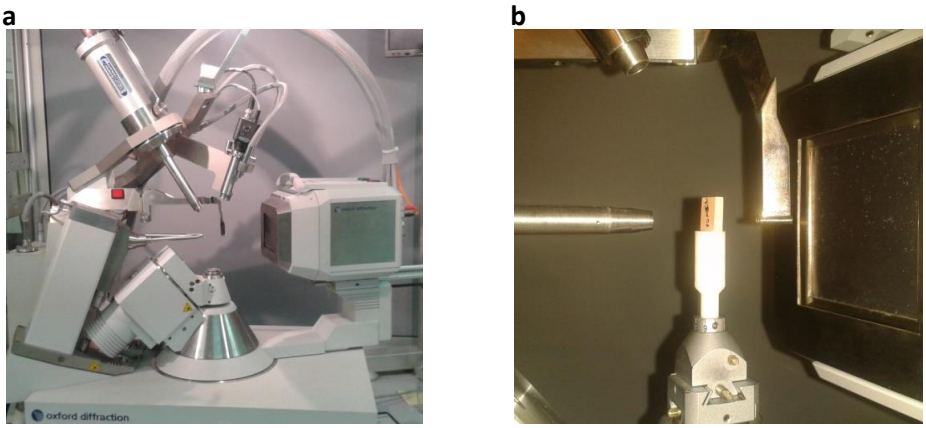


Figure 2.13 – (a) Diffractomètre utilisé pour la mesure de l'angle des microfibrilles et (b) montage expérimental.

L'angle des microfibrilles a été mesuré sur des échantillons de bois initial et de bois final de la série A (variabilité inter-cernes côté 2) et de la série B (caractérisation du cerne 14 du côté 1 en utilisant des échantillons appariés à ceux utilisés dans les chapitres 3 à 7). Notons qu'une tentative de mesure des AMF des parois radiales et tangentielles des trachéides a été effectuée. Ces mesures sont présentées dans l'Annexe A.

La direction longitudinale est orientée perpendiculairement à la direction du rayonnement incident comme décrit sur la Figure 2.13. Les échantillons sont disposés sur un support en polymère obtenu par fabrication additive. Ils sont exposés 60 s au rayonnement. L'analyse est effectuée sur deux ou trois échantillons appariés pour évaluer la variabilité intra-cernes, excepté pour la série B où seul un échantillon par type de bois est caractérisé. De plus, trois mesures sont effectuées par échantillon afin d'estimer la reproductibilité de la mesure. Ces essais sont réalisés à l'humidité relative de la salle en supposant que l'AMF ne varie pas avec celle-ci.

Analyse d'erreur

Les incertitudes de mesure sont issues principalement de la stabilité du dispositif d'imagerie et de la méthode de traitement des données (en particulier le choix de la tangente utilisée pour le calcul de l'angle des microfibrilles). Elles sont quantifiées à partir de la dispersion de trois mesures d'AMF effectuées sur un même échantillon. L'indicateur de cette dispersion est défini comme étant la déviation absolue maximale par rapport à la moyenne :

$$\Delta\theta = \max_{i\in\{1,2,3\}} \left\{ \left| \theta_i - \frac{1}{3} \sum_{j=1}^{3} \theta_j \right| \right\} \tag{2.1}$$

Cet indicateur est calculé pour chaque échantillon et sa moyenne vaut 0,2° (écart-type : 0,2° ; min : 0° ; max : 0,8°).

3. Microstructure et comportement hygromécanique du bois initial et du bois final

Le bois initial et le bois final n'ont pas les mêmes fonctions dans l'arbre. Leur structure et leurs propriétés physiques et mécaniques leur sont donc spécifiques. Ainsi, au sein d'un accroissement annuel, un gradient important de structure et de propriétés existe. Cette différence intra-cerne est ici mise en évidence au moyen des techniques expérimentales présentées précédemment, permettant une caractérisation structurale des deux types de bois, ainsi qu'une caractérisation de leurs propriétés de sorption d'eau et de leur comportement hygromécanique dans tout le domaine hygroscopique.

Dans ce travail de caractérisation, les séries A et B d'échantillons sont utilisées pour effectuer la comparaison entre le bois initial et le bois final pour différents accroissements annuels. La variabilité inter-cernes de la structure et des propriétés est aussi discutée (série A), ainsi que la comparaison des propriétés entre les deux côtés du barreau de Douglas (cerne 14 de la série A opposé au cerne 14 de la série B).

3.1. Microstructure

Dans un premier temps, les structures du bois initial et du bois final sont comparées à travers les paramètres densité et angle des microfibrilles. Les différences de microstructure cellulaire sont aussi étudiées.

3.1.1. Densité macroscopique

La Figure 2.14 présente l'évolution de la densité apparente à 2% HR (masse et volume des échantillons équilibrés à 2% HR) du bois initial et du bois final en fonction du numéro de cerne.

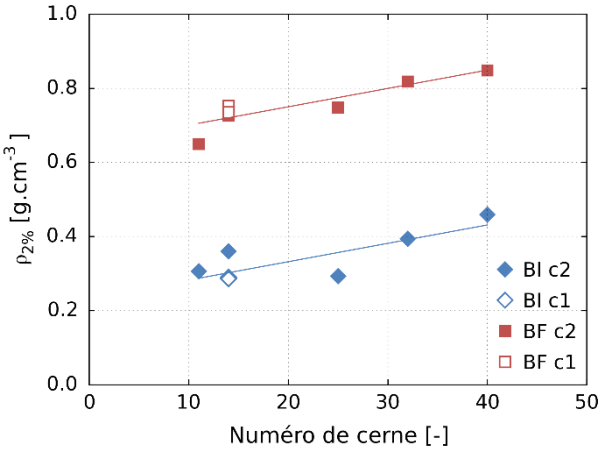


Figure 2.14 – Densités à 2% HR du bois initial et du bois final pour différents accroissements annuels. Cerne 14 : échantillons prélevés dans le côté 1 (c1) et le côté 2 (c2).

La différence importante de densité entre les deux types de bois est tout d'abord mise en évidence. En moyenne, la densité du bois final équivaut à 2,2 fois celle du bois initial. De plus, la densité du bois augmente linéairement avec l'année de croissance de l'arbre. Cette évolution est similaire dans le bois initial et le bois final (même pente). Enfin, la densité des tissus est quasiment similaire des deux côtés

du barreau en ce qui concerne le cerne 14. Le faible écart observé pour le bois initial est difficilement interprétable par rapport aux erreurs de mesure.

3.1.2. Angle des microfibrilles

De la même manière, l'évolution de l'angle des microfibrilles avec le numéro de cerne est analysée (Figure 2.15). D'une part, l'angle des microfibrilles est plus élevé dans le bois initial que dans le bois final. Cette différence est observée dans tous les accroissements annuels. D'autre part, l'angle des microfibrilles décroît avec le numéro de cerne ; plus l'âge du bois est important, plus l'angle des microfibrilles est élevé. Ainsi, l'angle des microfibrilles est plus élevé dans le bois juvénile que dans le bois mature. L'évolution peut être décrite par une loi puissance dont l'allure est similaire pour le bois initial et le bois final.

En outre, la dispersion de l'angle des microfibrilles entre plusieurs échantillons appariés (même numéro de cerne et même côté du barreau) est évaluée pour quantifier la variabilité intra-cerne existante avec le protocole de prélèvement utilisé. Cette dispersion est estimée à 1,1° en prenant la déviation maximale absolue explicitée dans le paragraphe Matériau et Méthodes (écart-type : 0,5° ; min : 0,4° ; max : 2,0°).

Enfin, dans le cas du cerne 14, l'angle des microfibrilles est plus faible dans le côté 1 que dans le côté 2 du barreau, avec une différence de 4,0° et 6,0° pour le bois initial et le bois final respectivement. Ce résultat est à mettre en relation avec une largeur de cerne légèrement plus faible du côté 1.

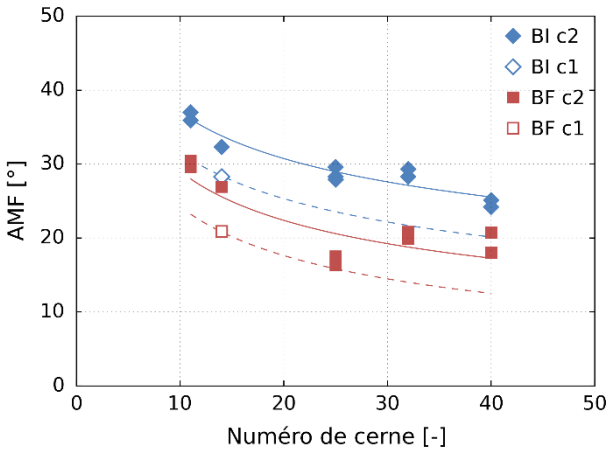


Figure 2.15 – Angles des microfibrilles du bois initial et du bois final pour différents accroissements annuels. Cerne 14 : échantillons prélevés dans le côté 1 (c1) et le côté 2 (c2).

L'ensemble de ces résultats est en cohérence avec ceux de la littérature, à savoir des AMF plus élevés dans le bois initial que dans le bois final et un AMF plus élevé du côté 2 que du côté 1 qui pourrait traduire la présence de bois de compression dans le côté 2.

3.1.3. Relation entre l'angle des microfibrilles et la densité

Ces deux paramètres microstructuraux sont maintenant mis en relation en traçant l'évolution de l'angle des microfibrilles en fonction de la densité (Figure 2.16). Une décroissance de l'angle des microfibrilles lorsque la densité du bois augmente est observée mais la dispersion entre les mesures est assez importante pour conclure sur une relation plus précise entre ces deux paramètres.

L'information sur la densité étant globale et les mesures des angles AMF locales, la dispersion observée pourrait traduire des hétérogénéités au sein des échantillons non quantifiées par ces mesures.

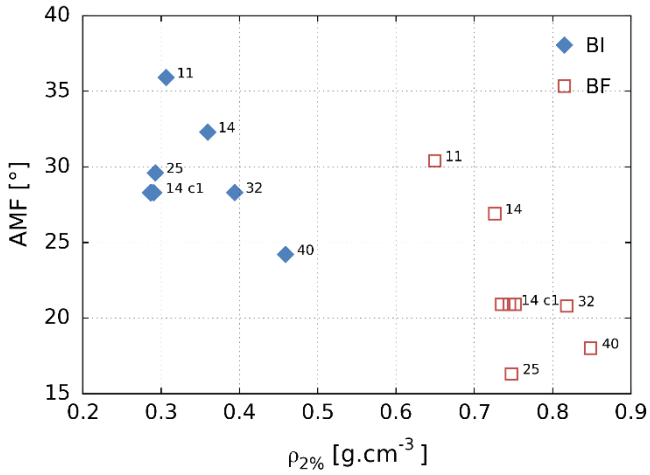


Figure 2.16 – Evolution de l'angle des microfibrilles avec la densité du bois équilibré à 2% HR.

3.1.4. Morphologie cellulaire

La morphologie cellulaire du matériau d'étude est analysée qualitativement avec des images de microtomographie aux rayons X synchrotron des échantillons de bois initial et de bois final prélevés dans le cerne 14 du côté 1 du barreau (série C). Un rendu 3D de leurs structures est présenté (Figure 2.17), ainsi que des coupes dans les plans RT, TL et LR (Figure 2.18).

La différence de structure cellulaire entre le bois initial et le bois final est mise en évidence grâce à ces observations. Les trachéides de bois initial ont des sections transversales de forme hexagonales tandis que celles du bois final sont plutôt rectangulaires. Quelques trachéides dans le bois final ont une section très arrondie indiquant que ce bois pourrait éventuellement être du bois de compression. Ceci a été confirmé par les observations en microscopie optique, non présentées dans ce mémoire, où des méats (vides cellulaires) avaient été observés de manière diffuse [84]. Par ailleurs, les parois du bois initial sont beaucoup plus fines que celles du bois final.

Par ailleurs, ces images révèlent aussi l'anisotropie de la structure du bois. La dimension longitudinale des trachéides est beaucoup plus importante que les dimensions transversales. De plus, dans le bois initial et le bois final, les trachéides sont bien alignées dans la direction radiale alors qu'un désordre est observé dans la direction tangentielle. Cet arrangement est directement issu du processus de croissance de l'arbre où les nouvelles trachéides sont formées lors de la division cellulaire au niveau du cambium. En outre, les rayons ligneux apparaissent sous différentes formes selon le plan d'observation. Les plans RL mettent en évidence un arrangement des rayons ligneux sous une forme de plages radiales, alors que les plans TL les font apparaître sous la forme de chapelets dont la largeur comprend une seule cellule (rayons unisériés). Dans le plan RT, les rayons ligneux forment des lignes orientées radialement et qui semblent traverser tout l'échantillon.

Enfin, les ponctuations aréolées sont également visibles sur ces images. Elles sont particulièrement présentes sur les parois radiales des trachéides comme le montrent bien les plans TL des échantillons. Les rayons ligneux et les ponctuations aréolées sont présentés plus finement dans la Figure 2.19.

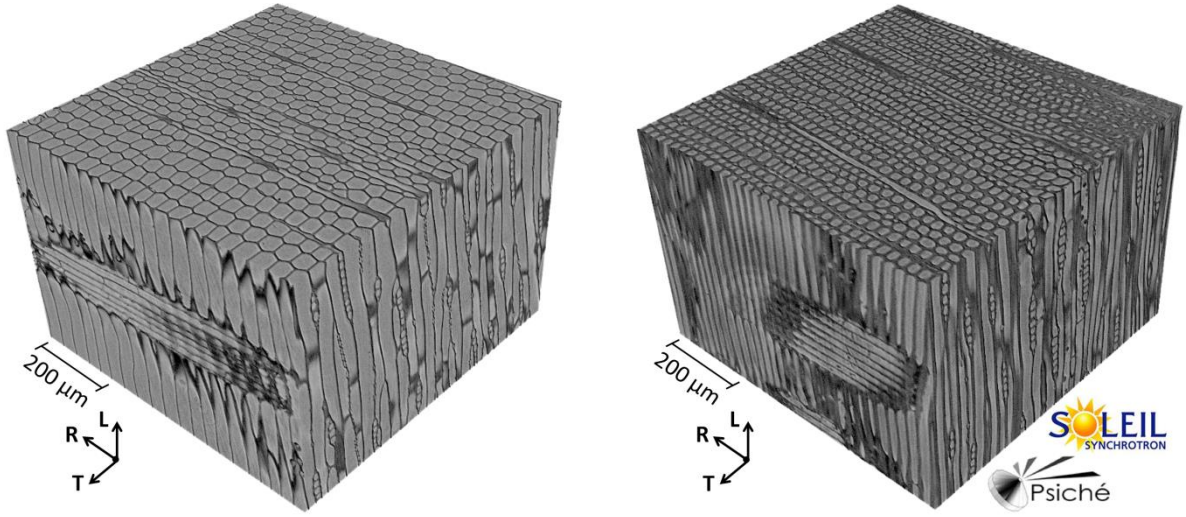
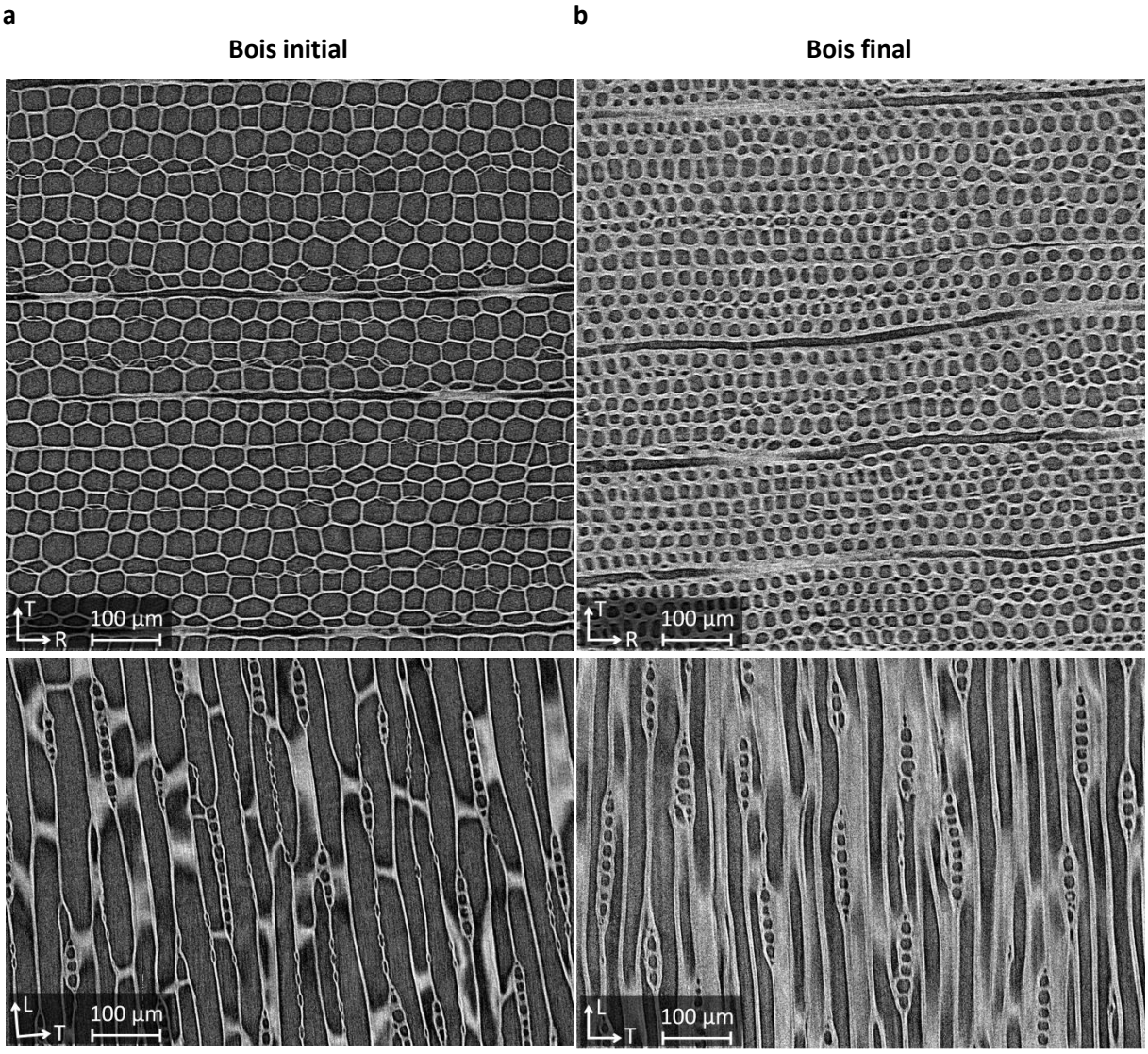


Figure 2.17 – Microstructures cellulaires 3D du bois initial (gauche) et du bois final (droite) obtenues par microtomographie aux rayons X synchrotron (SOLEIL, ligne Psiché). Cerne 14 côté 2 (série C). Taille de voxel : 0,87 µm.



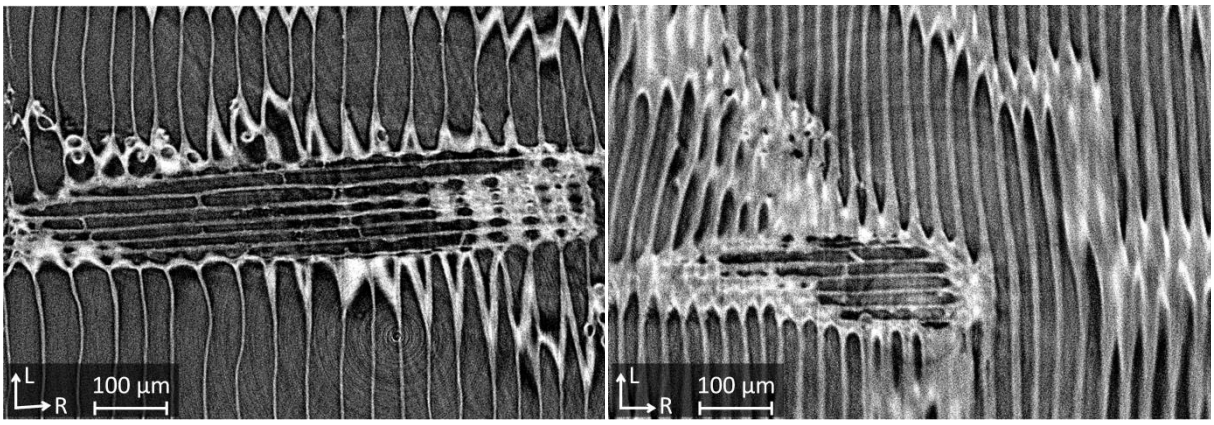


Figure 2.18 – Coupes d'images de microtomographie aux rayons X synchrotron (SOLEIL, ligne Psiché) de (**a**) bois initial et (**b**) bois final. Cerne 14 côté 2 (série C). Taille de voxel : 0,87 µm.

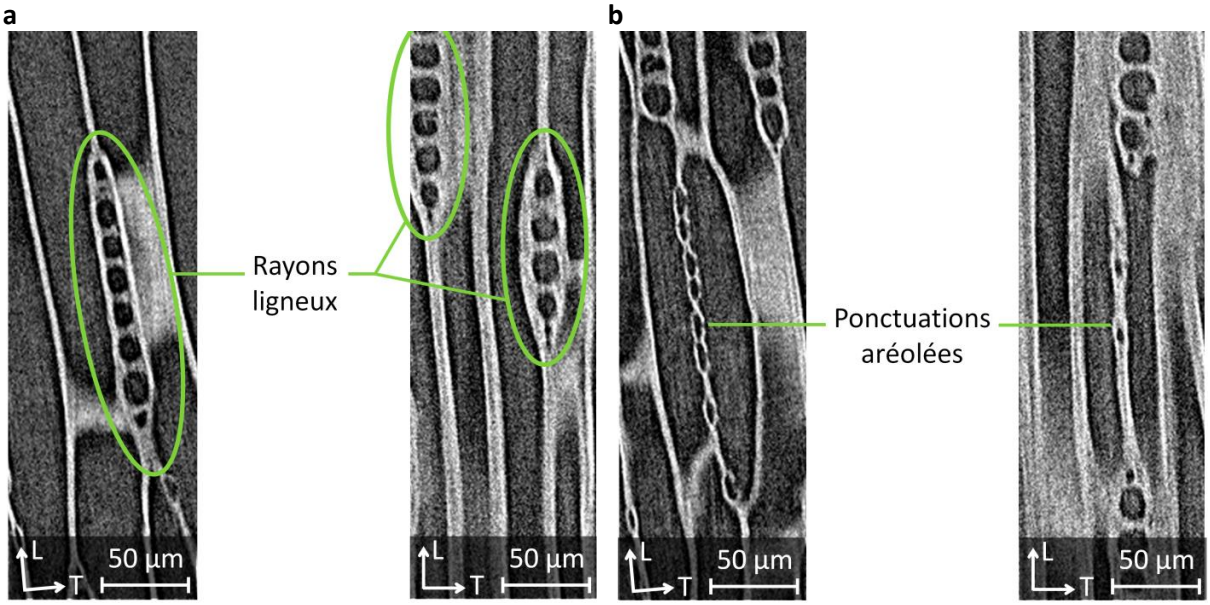


Figure 2.19 – Coupes dans le plan LT d'images de microtomographie aux rayons X synchrotron (SOLEIL, ligne Psiché) mettant en évidences (**a**) des rayons ligneux et (**b**) des ponctuations aréolées dans le bois initial (gauche) et le bois final (droite). Taille de voxel : 0,87 µm.

3.1.5. Synthèse

Les structures du bois initial et du bois final ont été comparées à travers des mesures quantitatives de leur densité et angle des microfibrilles, et des observations qualitatives à l'échelle cellulaire. Le bois initial et le bois final ont ainsi des microstructures différentes, à l'échelle cellulaire, mais aussi à l'échelle subcellulaire comme le démontrent leurs angles des microfibrilles. Cette comparaison, bien que déjà existante dans la littérature, a permis de confirmer que les échantillons de bois initial et de bois final utilisés dans la suite de cette étude diffèrent au même niveau que ceux présentés dans d'autres travaux. Les paramètres microstructuraux mesurés sont résumés dans le Tableau 2.5, auxquels ont été ajoutées la largeur de cerne et la texture. On peut d'ailleurs noter que la largeur du cerne 14 prélevé dans le côté 1 du barreau est inférieure à celle du côté 2, illustrant ainsi l'asymétrie du barreau de Douglas observée sur la Figure 2.3.

Tableau 2.5 – Paramètres microstructuraux du bois initial et du bois final pour différents accroissements annuels.

		11	14 (côté 1)	14 (côté 2)	25	32	40	μ	σ
Densité 2% HR	**BI**	0,31	0,29	0,36	0,29	0,39	0,46	0,35	0,06
[g.cm^{-3}]	**BF**	0,65	0,74	0,73	0,75	0,82	0,85	0,76	0,06
AMF	**BI**	35,9	28,3	32,3	29,6	28,3	24,2	29,8	4
[°]	**BF**	30,4	20,9	26,9	16,3	20,8	18,0	21,3	5
Largeur de cerne [mm]		7,90	6,47	7,58	7,11	7,13	6,61	7,13	0,5
Texture [-]		0,57	0,43	0,50	0,43	0,49	0,57	0,50	0,06

3.2. Propriétés de sorption d'eau

La comparaison des propriétés de sorption d'eau du bois initial et du bois final est maintenant abordée.

Tendances générales et variabilité inter-cernes

Les isothermes d'adsorption à 20°C d'échantillons de bois initial et de bois final prélevés dans les cernes 11, 14, 25, 32 et 40 du côté 2 du barreau de Douglas (série A, un échantillon par cerne) sont tout d'abord présentées pour évaluer la variabilité inter-cernes des propriétés de sorption (Figure 2.20). Des courbes de tendance polynômiales de degré trois sont ajustées à partir des points expérimentaux.

Toutes ces isothermes, quel que soit le numéro de cerne, présentent une allure similaire aux isothermes du bois trouvées dans la littérature, décrites par exemple dans Skaar (1988) [24] ou Navi & Heger (2005) [13]. La forme sigmoïdale de l'isotherme est ainsi observée, attribuée à une sorption de type II d'après la classification de Brunauer et al. (1940) [26] (voir Chapitres 1 et 3).

Des écarts sont observés entre les isothermes de sorption issues de différents accroissements annuels. Cette variabilité inter-cernes est quantifiée par l'écart-type entre les isothermes de sorption moyenné sur tout le domaine hygroscopique. Elle est un peu plus élevée dans le bois initial (0,97%) que dans le bois final (0,55%). La corrélation entre le numéro de cerne et la teneur en eau à l'équilibre est difficilement discutable du fait de l'unicité des mesures. Cependant, on peut noter que, pour le bois initial, les isothermes de bois juvénile (cerne 11) sont supérieures à celles du bois mature. Une telle observation avait été faite par Hill et al. (2015) [35] dans le cas d'isothermes de désorption.

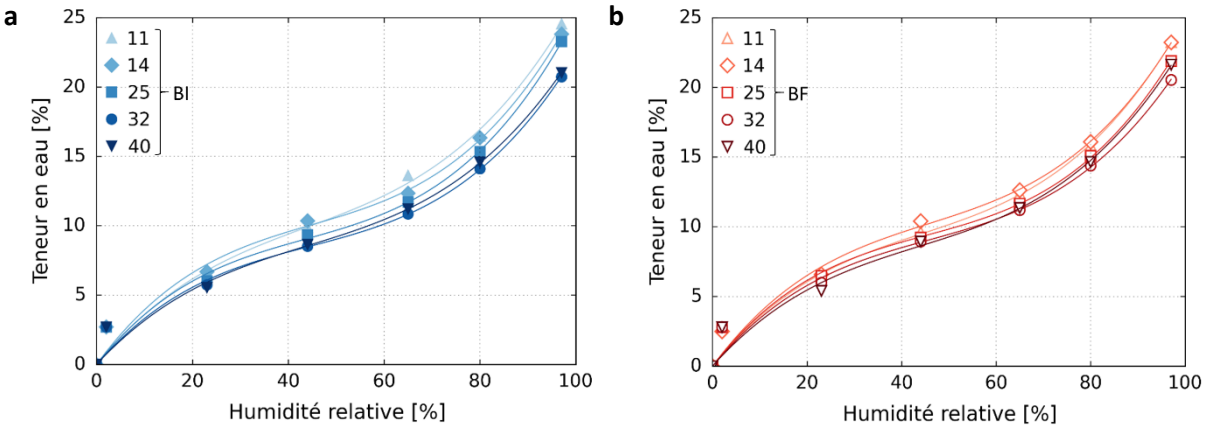


Figure 2.20 – Isothermes d'adsorption à 20°C d'échantillons de bois initial (a) et de bois final (b) prélevés dans différents accroissements annuels du côté 2 du barreau de Douglas.

Comparaison des propriétés des côtés 1 et 2 du barreau

Les isothermes d'adsorption moyennes des trois échantillons appariés de bois initial et de bois final prélevés dans le cerne 14 du côté 1 du barreau de Douglas (série B) sont comparées à celles des échantillons prélevés dans le cerne 14 du côté 2 (série A, un échantillon par cerne) (Figure 2.21). L'objectif est de comparer les propriétés de sorption entre les deux côtés du barreau pour prendre en compte d'éventuelles différences lors des interprétations qui auront lieu dans la suite de la thèse, et de justifier les protocoles expérimentaux qui suivront.

Les isothermes d'adsorption du côté 1 sont inférieures à celles du côté 2. Cette observation est valable pour le bois initial et pour le bois final. La différence observée est supérieure aux incertitudes de mesure présentées dans la partie Matériau et Méthodes et montre donc qu'une différence des propriétés de sorption entre les deux côtés du barreau pourrait exister.

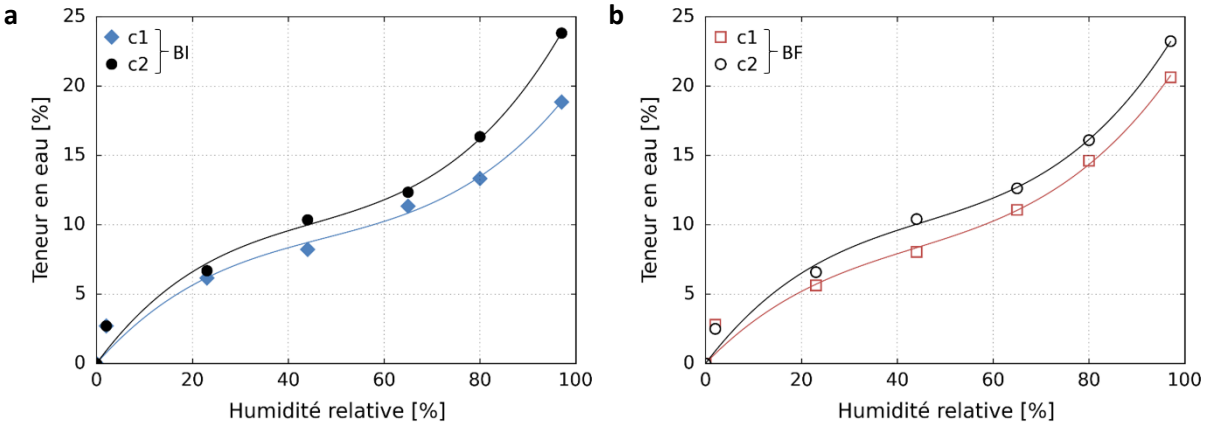


Figure 2.21 – Comparaison des isothermes d'adsorption d'échantillons prélevés dans le cerne 14 du côté 1 (c1) et du côté 2 (c2) du barreau de Douglas. (a) Bois initial. (b) Bois final.

Comparaison bois initial - bois final

Les isothermes de sorption du bois initial et du bois final sont maintenant comparées. La différence entre les isothermes de sorption du bois initial et du bois final est déterminée pour chaque cerne (Tableau 2.6). Celle-ci est comprise dans les incertitudes de mesure qui sont de 1,4% et 0,7% pour le bois initial et le bois final respectivement. Ces mesures ne permettent donc pas de mesurer, en moyenne, une différence entre les isothermes de sorption de bois initial et de bois final. Par contre, une légère différence est observée aux hautes teneurs en eau où l'isotherme du bois initial est inférieure à celle du bois final.

Tableau 2.6 – Ecart absolu moyen de teneur en eau entre les isothermes d'adsorption du bois final et du bois initial.

	11	**14 (c1)**	**14 (c2)**	**25**	**32**	**40**	**μ**	**σ**
Adsorption	0,71 %	0,81 %	0,25 %	0,45 %	0,30 %	0,25 %	0,46 %	0,2 %

Cette comparaison est également effectuée en traçant les isothermes de sorption des trois échantillons appariés de bois initial et de bois final prélevés dans le cerne 14 du côté 1 du barreau (Figure 2.22). L'analyse est cette fois-ci effectuée pour l'adsorption et la désorption. La différence entre le bois initial et le bois final est peu élevée et du même ordre de grandeur que l'écart entre les courbes d'échantillons appariés, suggérant que les isothermes de sorption des deux tissus sont similaires, excepté aux hautes humidités relatives où la teneur en eau du bois initial est inférieure à celle du bois

final. Les mesures aux hautes humidités relatives sont cependant plus délicates car les écarts avec l'humidité relative ambiante sont plus élevés. Ces différences aux hautes humidités pourraient donc être l'effet du protocole de mesure (mesures successives avec modification de l'ambiance suite à des ouvertures / fermetures de l'enceinte ou dessiccateur, couplées aux mesures des déformations).

La similarité des isothermes de sorption des deux types de bois suggère qu'ils possèdent les mêmes propriétés de sorption, avec une éventuelle différence aux hautes humidités relatives. Dans la littérature, présentée dans le Chapitre 1, plusieurs cas ont été observés et qui semblent dépendre du matériau d'étude et de la position des prélèvements dans l'arbre. Dans plusieurs cas, des isothermes de sorption similaires du bois initial et du bois final ont été observés [34] [36] [35].

Ces courbes mettent par ailleurs en évidence l'hystérésis entre l'adsorption et la désorption avec une teneur en eau plus élevée lors de la désorption. L'hystérésis n'est pas discutée dans le cadre de ce travail.

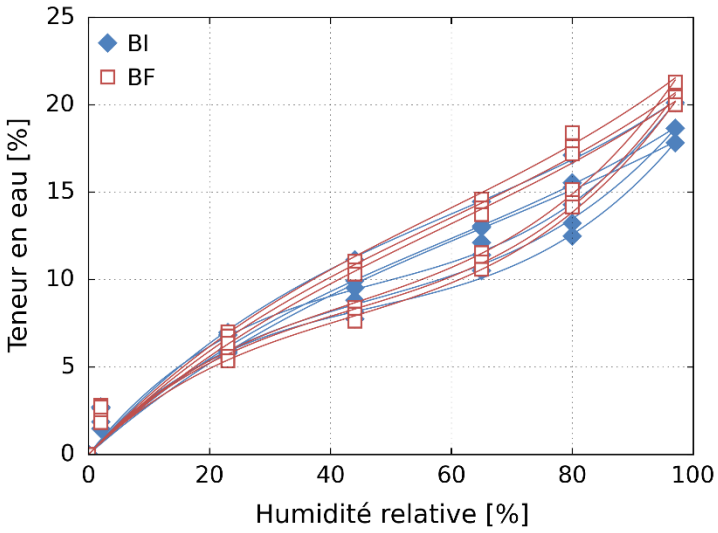


Figure 2.22 – Comparaison des isothermes de sorption d'échantillons de bois initial et de bois final (cerne 14, côté 1).

3.3. Comportement hygromécanique

Une analyse des relations entre les déformations et la teneur en eau du bois initial et du bois final est maintenant proposée afin de déterminer et comparer les comportements hygromécaniques des deux tissus. Comme dans le paragraphe précédent, les tendances générales des courbes seront mises en évidence, puis la variabilité inter-cernes et les comparaisons côté 1-côté 2 du barreau et bois initial-bois final seront discutées. Les évolutions des coefficients de gonflement avec la teneur en eau seront aussi étudiées pour discuter de la linéarité des relations déformations-teneur en eau.

3.3.1. Déformations volumiques

Les relations entre les déformations volumiques ou le coefficient de gonflement volumique et la teneur en eau sont analysées à travers la Figure 2.23 pour les échantillons du côté 2 du barreau.

Relation déformations volumiques - teneur en eau

Une augmentation des déformations volumiques avec la teneur en eau est observée, dont l'évolution peut être considérée comme linéaire en première approximation. Le coefficient de

gonflement volumique permet d'analyser plus finement la linéarité entre ces deux paramètres. Son augmentation au début du domaine hygroscopique met en évidence un changement de pente de la relation déformations volumiques - teneur en eau. Ce phénomène est en accord avec les résultats de la littérature, en particulier celui de Keylwerth (1962) [44] que de nombreux ouvrages ont utilisé pour référence à ce sujet. Il est attribué à l'adsorption de premières molécules d'eau dans les micropores de la paroi cellulaire du bois, qui ne contribueraient alors pas au gonflement de la paroi cellulaire [24]. Une diminution du coefficient de gonflement aux hautes teneurs en eau est habituellement observée. Cependant, cette singularité n'apparaît pas dans les courbes présentées ici. Une explication possible pourrait être que l'humidité relative maximale de l'expérience est insuffisante, égale à 97% HR et non 100% HR.

Variabilité inter-cernes

Ces résultats permettent mettent en évidence une dispersion assez importante des courbes, mettant en évidence l'effet de la variabilité inter-cernes. Les déformations volumiques du bois initial le plus mature (cerne 40) sont plus élevées que celles des autres numéros de cerne. A l'inverse, les échantillons de bois final les plus juvéniles (cernes 11 et 14) ont des déformations volumiques plus faibles par rapport aux numéros de cerne plus élevés.

Comparaison bois initial - bois final

Dans tout le domaine hygroscopique, les déformations volumiques sont plus élevées dans le bois final que dans le bois initial. Ainsi, en considérant les déformations entre 2 et 97% HR, le bois final se déforme en moyenne 2,39 fois plus que le bois initial et leurs coefficients de gonflement volumiques moyens sont respectivement 0,56 %/% et 0,23 %/%. De tels écarts entre les déformations volumiques du bois initial et du bois final sont présents quelque soit le numéro de cerne.

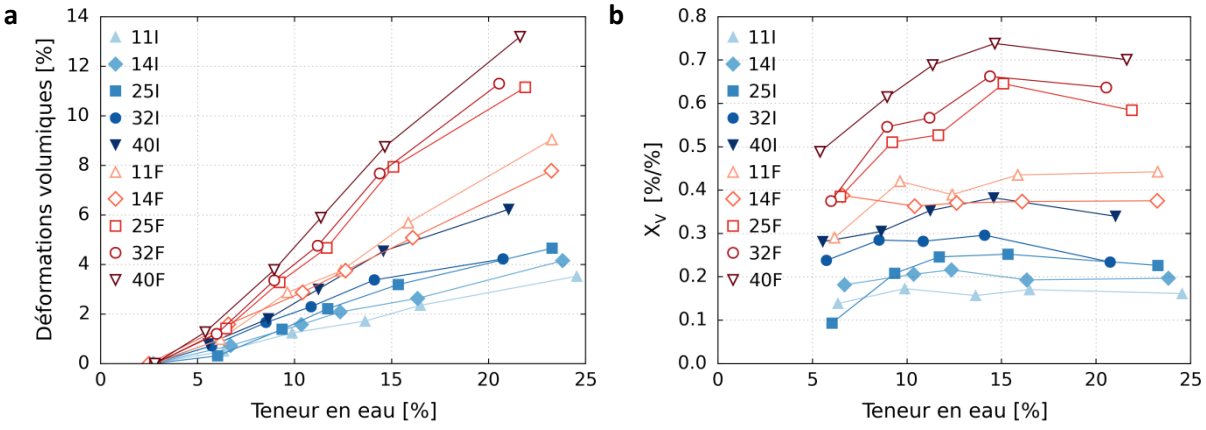


Figure 2.23 – Evolution avec la teneur en eau (a) des déformations volumiques par rapport à 2% HR et (b) du coefficient de gonflement volumique du bois initial et du bois final.

3.3.2. Déformations principales

L'anisotropie du comportement hygromécanique du bois initial et du bois final est maintenant étudiée à travers les évolutions des déformations hygromécaniques principales avec la teneur en eau (Figure 2.24).

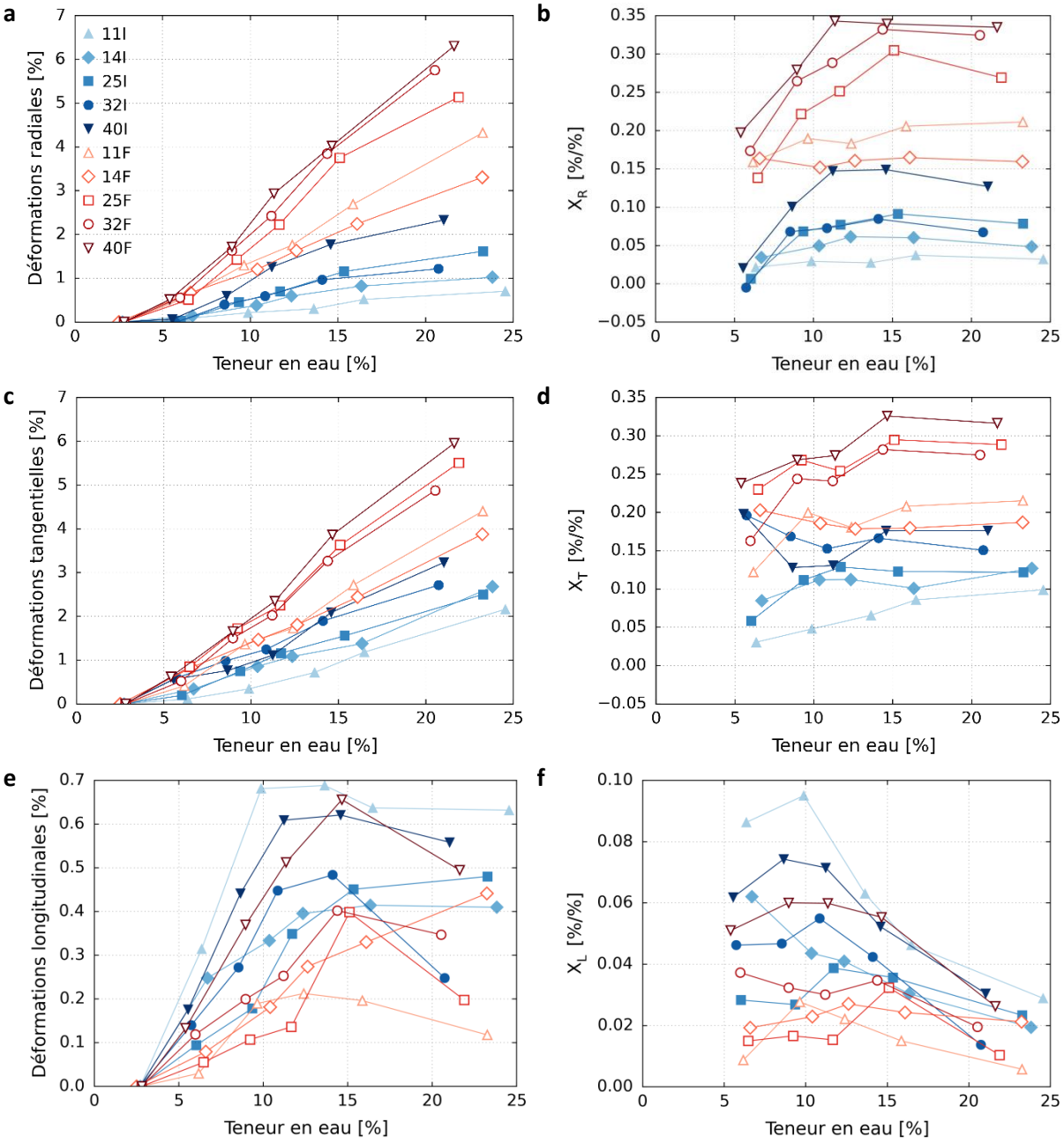


Figure 2.24 – Evolution des déformations principales (gauche) et des coefficients de gonflement principaux (droite) avec la teneur en eau. (a) et (b) Direction radiale. (c) et (d) Direction tangentielle. (e) et (f) Direction longitudinale.

Relations déformations - teneur en eau

Comme pour les déformations volumiques, les déformations radiales et tangentielles du bois initial et du bois final évoluent quasiment de manière linéaire avec la teneur en eau. Toutefois, pour les déformations radiales et tangentielles, la pente de la courbe semble légèrement plus faible aux faibles teneurs en eau. De plus, uniquement dans le cas des déformations radiales, une diminution de la pente semble aussi apparaître aux hautes teneurs en eau. L'évolution du coefficient de gonflement dans ces deux directions confirme cette non-linéarité. En effet, le coefficient de gonflement radial augmente aux faibles teneurs en eau et diminue légèrement aux hautes teneurs en eau pour la majorité des échantillons. Le coefficient de gonflement tangentiel a tendance à augmenter aux faibles teneurs en eau puis à se stabiliser aux hautes teneurs en eau. Ces observations sont en cohérence avec les

résultats de Keylwerth (1962) [44], Goulet et Fortin (1975) [45] et Hernandez (1993) [46] (voir Chapitre 1).

En ce qui concerne les déformations longitudinales, une forte non-linéarité avec la teneur en eau est constatée : celles-ci augmentent jusqu'à une teneur en eau d'environ 10%, puis se stabilisent aux teneurs en eau supérieures. Pour quelques échantillons, ce phénomène va même jusqu'à une diminution des déformations aux plus hautes teneurs en eau. Cette évolution non-linéaire s'accompagne d'une diminution du coefficient de gonflement longitudinal avec la teneur en eau. Ainsi, ces résultats sont en accord avec la non-linéarité des déformations longitudinales et une présence éventuelle de déformations négatives observées dans la littérature, comme discuté dans le Chapitre 1. Peu étudiées dans la littérature du fait de leur faible amplitude, de telles mesures montrent que les déformations longitudinales ne sont pas négligeables, en particulier dans le bois initial.

Variabilité inter-cernes

L'évolution des relations déformations-teneur en eau avec le numéro de cerne est difficile à interpréter du fait des mesures uniques. On peut seulement remarquer que l'ordre des courbes ne semble pas particulièrement être corrélé au numéro de cerne, même si les échantillons de bois juvénile (cernes 11 et 14) semblent se déformer moins que les échantillons de bois mature.

Comparaison des propriétés des côtés 1 et 2 du barreau

La Figure 2.25 présente les relations déformations principales-teneur en eau des échantillons de bois initial et de bois final prélevés des côtés 1 et 2 du barreau de Douglas. Dans le cas du bois initial, les comportements des échantillons issus des côtés 1 et 2 sont très proches. L'amplitude et la saturation des déformations longitudinales aux hautes teneurs en eau sont en particulier retrouvées dans le côté 1. Pour le bois final, les comportements des deux côtés du barreau présentent en revanche des différences. Les déformations radiales et tangentielles sont plus élevées dans l'échantillon prélevé du côté 1. De plus, alors que le bois final du côté 2 se déforme dans la direction longitudinale de manière non négligeable, le bois final du côté 1 a des déformations longitudinales quasiment nulles. Ces résultats semblent confirmer que le bois final du côté 2 tend vers du bois de compression. Cela serait en cohérence avec la largeur de cernes plus élevée de ce côté, ainsi que la section un peu arrondie des trachéides du bois final avec la présence de méats, comme observé précédemment.

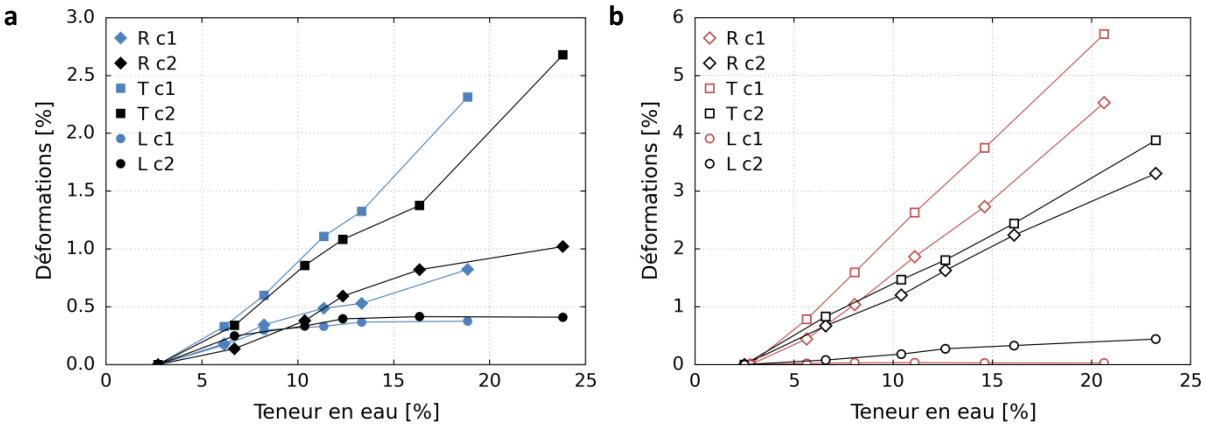


Figure 2.25 – Comparaison des déformations radiales, tangentielles et longitudinales d'échantillons prélevés dans le cerne 14 des côtés 1 et 2 du barreau de Douglas. (a) Bois initial. (b) Bois final.

Comparaison bois initial - bois final

Ces relations permettent également de comparer les déformations du bois initial et du bois final. L'analyse des déformations volumiques a montré que le bois final se déforme plus que le bois final. Dans les directions radiales et tangentielles, cette différence d'amplitude est aussi observée. Le ratio des déformations radiales bois final/bois initial est en moyenne de 3,82 alors que celui des déformations tangentielles est environ deux fois plus faible, avec une valeur de 1,96.

Par conséquent, les deux types de bois présentent une différence d'anisotropie de gonflement dans le plan transverse. A l'échelle macroscopique, comme présenté dans le Chapitre 1, le bois se déforme environ deux fois plus dans la direction tangentielle que dans la direction radiale. A l'échelle du cerne, ces résultats montrent que l'anisotropie des tissus est décrite par :

- Bois initial : déformations tangentielles supérieures aux déformations radiales, avec un ratio T/R moyen de 2,29, soit un comportement anisotrope transverse.
- Bois final : déformations radiales et tangentielles du même ordre de grandeur, avec un ratio T/R de 1,06, soit un comportement quasiment isotrope transverse. Notons que les échantillons de bois final prélevés dans les cernes 32 et 40 présentent une légère anisotropie inversée (ratio T/R < 1).

La Figure 2.26 met en lumière cette différence de comportement dans le plan transverse pour les échantillons prélevés dans le cerne 14 côté 1 du barreau de Douglas. Des comportements similaires des tissus aux résultats donnés dans la littérature sont donc retrouvés.

Une différence d'amplitude des déformations longitudinales entre les deux tissus est aussi mise en évidence dans cette figure, avec des déformations longitudinales plus élevées dans le bois initial que dans le bois final. Dans le bois initial, les déformations longitudinales sont seulement trois fois plus faibles que les déformations radiales. Ce résultat est également en accord avec la littérature, notamment avec les travaux de Barber et Meylan (1964) [56] et Meylan (1972) [60] qui montrent que les déformations longitudinales sont plus faibles pour des bois dont l'AMF est plus faible, ce qui est donc en cohérence avec les mesures d'AMF présentées précédemment. On peut remarquer que la différence d'amplitude des déformations longitudinales entre le bois initial et le bois final était beaucoup moins marquée du côté 2 du barreau. La présence de bois de compression pourrait induire une augmentation des déformations longitudinales dans le bois final, en cohérence avec les observations faites par l'USDA (1930) [53]. Notons aussi que cette observation est en accord avec les valeurs plus élevées de l'AMF des échantillons de bois final prélevés dans le côté 2 du barreau que ceux prélevés du côté 1.

Une synthèse des données sur les déformations hygromécaniques est donnée dans le Tableau 2.7 où les déformations et les coefficients de gonflement entre 2 et 97% HR sont présentés. Ce tableau permet de quantifier les différences observées entre le bois initial et le bois final, entre les accroissements annuels et entre les deux côtés du barreau de Douglas.

Une caractérisation de la structure, des propriétés de sorption et du comportement hygromécanique du bois initial et du bois final issus de différents accroissements annuels d'un même barreau de Douglas a été menée. Comme démontré de nombreuses fois dans la littérature, de fortes différences entre les deux tissus aux niveaux microstructural et comportemental révèlent la présence d'une forte hétérogénéité au sein du cerne.

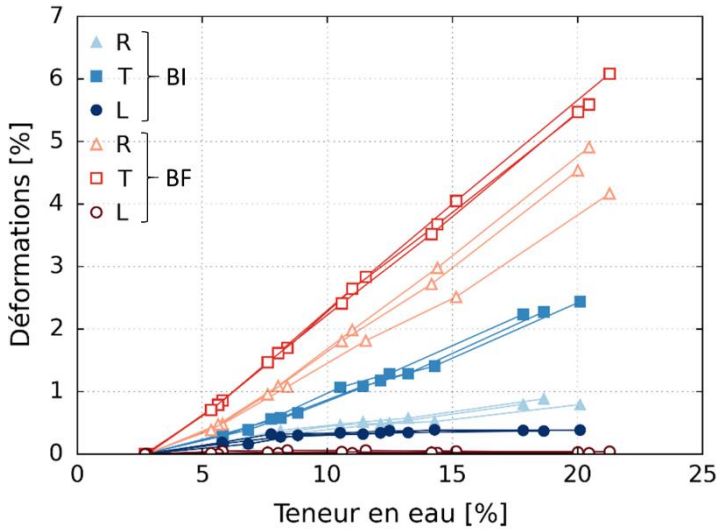


Figure 2.26 – Evolution des déformations radiales, tangentielles et longitudinales avec la teneur en eau pour le bois initial et le bois final. Cas du cerne 14, côté 1. Résultats pour les trois échantillons appariés.

Tableau 2.7 – Déformations hygromécaniques et coefficients de gonflement entre 2 et 97% HR des échantillons de bois initial et de bois final prélevés dans différents accroissements annuels et des deux côtés du barreau de Douglas.

		11	14 (côté 1)	14 (côté 2)	25	32	40	μ	σ
ε_V max (%)	BI	3,53	3,54	4,15	4,66	4,22	6,22	4,39	0,9
	BF	9,04	10,53	7,78	11,15	11,29	13,19	10,5	1,7
ε_R max (%)	BI	0,70	0,82	1,02	1,61	1,21	2,33	1,28	0,5
	BF	4,32	4,53	3,30	5,14	5,75	6,30	4,89	1,0
ε_T max (%)	BI	2,16	2,31	2,68	2,50	2,71	3,23	2,60	0,3
	BF	4,40	5,72	3,88	5,51	4,88	5,96	5,06	0,7
ε_L max (%)	BI	0,63	0,38	0,41	0,48	0,25	0,56	0,45	0,1
	BF	0,12	0,03	0,44	0,20	0,35	0,49	0,27	0,2
X_V max (%/%)	BI	0,16	0,22	0,20	0,23	0,19	0,36	0,23	0,06
	BF	0,45	0,59	0,38	0,59	0,67	0,68	0,56	0,1
X_R max (%/%)	BI	0,03	0,05	0,05	0,08	0,05	0,14	0,07	0,04
	BF	0,22	0,25	0,16	0,27	0,34	0,31	0,26	0,06
X_T max (%/%)	BI	0,10	0,14	0,13	0,12	0,13	0,17	0,13	0,02
	BF	0,22	0,32	0,19	0,30	0,29	0,32	0,27	0,05
X_L max (%/%)	BI	0,03	0,02	0,02	0,02	0,00	0,05	0,02	0,01
	BF	0,01	0,00	0,02	0,01	0,02	0,03	0,02	0,01
T/R (-)	BI	3,09	2,82	2,63	1,55	2,24	1,39	2,29	0,6
	BF	1,02	1,26	1,18	1,07	0,85	0,95	1,06	0,1
R/L (-)	BI	1,11	2,16	2,49	3,35	4,84	4,16	3,02	1,2
	BF	36,00	151,00	7,5	25,70	16,43	12,86	41,58	49,8
T/L (-)	BI	3,43	6,08	6,54	5,21	10,84	5,77	6,31	2,25
	BF	36,67	190,67	8,82	27,55	13,94	12,16	48,30	64,4

4. Relations Structure-Sorption-Gonflement

L'hygroscopie du bois est à l'origine de phénomènes tels que le retrait et le gonflement. L'eau est donc le moteur du comportement hygromécanique du bois. La quantité et la localisation de l'eau dans le bois dépendent de l'arrangement de ses constituants qui sont organisés hiérarchiquement et forment une structure multi-échelle et un réseau de porosités complexe. Cette microstructure du bois affecte aussi directement le comportement hygromécanique à travers, par exemple, les propriétés mécaniques de ses constituants. Ces relations sont illustrées dans la Figure 2.27 sur laquelle s'appuie le déroulement de cette partie.

Les différents éléments de ce schéma ont été caractérisés précédemment. Les objectifs de cette partie sont de vérifier et d'enrichir les relations entre ces éléments, qui peuvent être déjà connues dans la littérature, et de les assembler pour essayer de mieux comprendre le comportement hygromécanique du bois ; l'avantage de cette étude étant la caractérisation de ces trois éléments sur les mêmes échantillons.

Ainsi, dans cette partie, les relations entre (i) la microstructure et le comportement hygromécanique, (ii) la microstructure et la sorption d'eau et (iii) la sorption d'eau et le comportement hygromécanique sont étudiées.

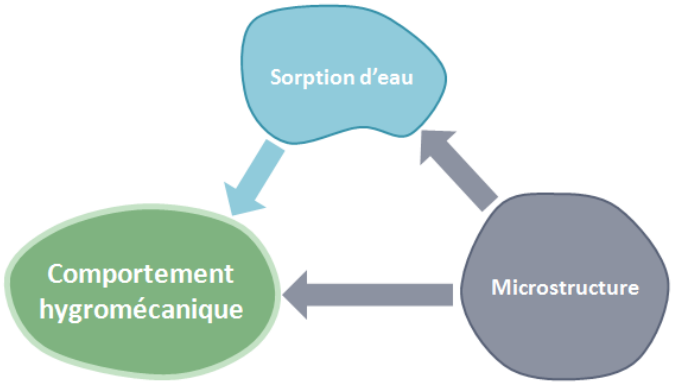


Figure 2.27 – Illustration des facteurs d'influence sur le comportement hygromécanique et de leurs relations.

4.1. Relations microstructure – comportement hygromécanique

4.1.1. Influence de la densité

La relation entre le gonflement et la densité du bois est tout d'abord analysée. L'évolution des déformations volumiques entre 2 et à 97% HR est tracée en fonction de la densité du bois à 2% HR (Figure 2.28).

Une augmentation des déformations volumiques avec la densité est observée. La tendance générale semble linéaire. La pente de la régression est de 15,22. Cette valeur est très cohérente à celles de la littérature malgré le fait qu'elles prennent en compte la variabilité liée à la diversité des essences [38] [24]. En divisant cette valeur par la variation de teneur en eau entre 2 et 97% HR, on retrouve bien

une pente d'environ 0,8 entre le coefficient de gonflement et la densité qui était donnée par Kollmann et Côté [38] (Figure 1.19). Cependant, même en s'affranchissant de ce niveau de variabilité, une dispersion des mesures est observée, causée par la variabilité inter-cernes, ne permettant pas d'établir une relation stricte entre les déformations et la densité. Une analyse à des échelles plus locales des relations entre ces deux paramètres semble donc nécessaire. De telles relations seront établies dans le Chapitre 7 grâce à l'utilisation de la microtomographie aux rayons X et de la corrélation d'images volumiques.

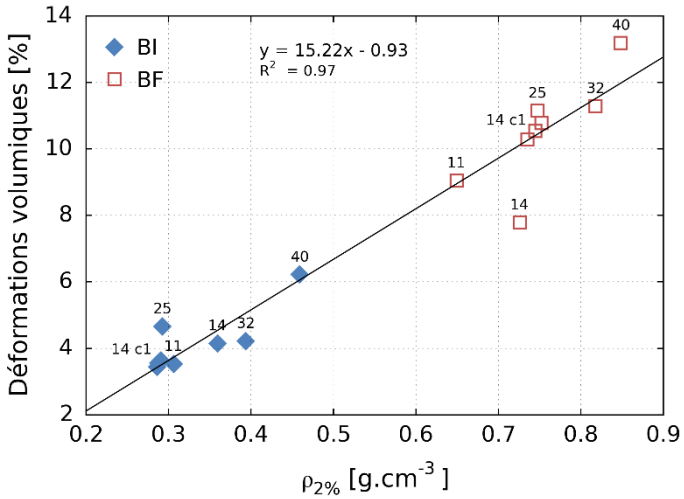


Figure 2.28 – Evolution des déformations volumiques entre 2 et 97% HR avec la densité du bois équilibré à 2% HR.

Une dépendance des déformations volumiques à la densité semble existe dans tout le domaine hygroscopique lorsque l'on s'affranchit de la variabilité inter-cernes, qui peut être observée grâce aux échantillons de bois initial et de bois final prélevés dans un même cerne. Ainsi, la Figure 2.29, qui concerne les échantillons prélevés du côté 1 du barreau de Douglas, montre que lorsque les déformations volumiques du bois initial et du bois final sont normalisées par leur densité, leur relation avec la teneur en eau devient similaire.

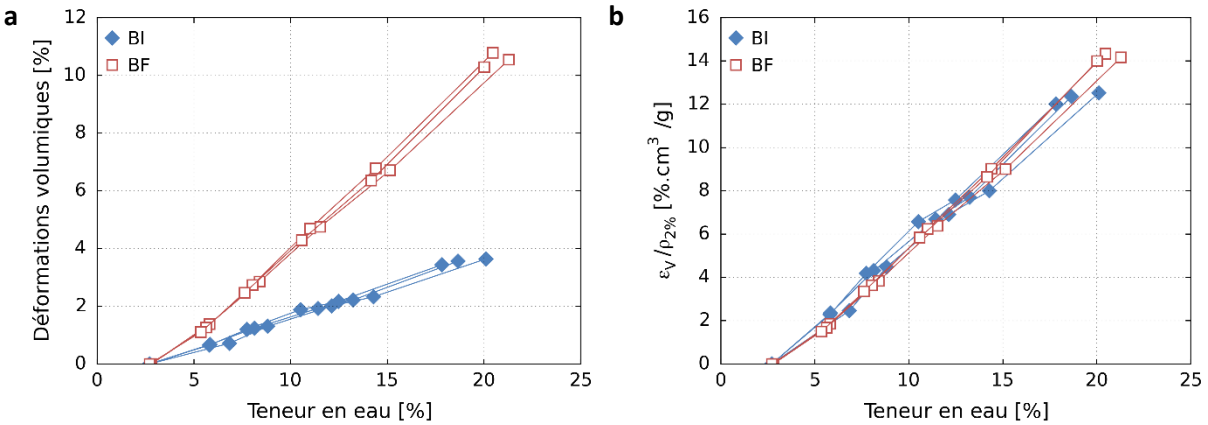


Figure 2.29 – Evolution avec la teneur en eau (a) des déformations volumiques par rapport à 2% HR et (b) des déformations volumiques par rapport à 2% HR normalisées par la densité à 2% HR. Cas du cerne 14, côté 1.

4.1.2. Influence de l'angle des microfibrilles

La dépendance des déformations à l'AMF est étudiée de la même manière à travers la Figure 2.30 qui présente l'évolution des déformations volumiques et du coefficient d'hygro-expansion maximaux (97% HR) avec l'angle des microfibrilles.

Une décroissance des déformations volumiques en fonction de l'angle des microfibrilles est observée. La dispersion des mesures est néanmoins importante et ne permet pas d'obtenir une relation fine entre ces deux paramètres. De plus, la tendance observée pourrait être due au fait que la densité et l'AMF soient reliés, comme l'a montré la Figure 2.16.

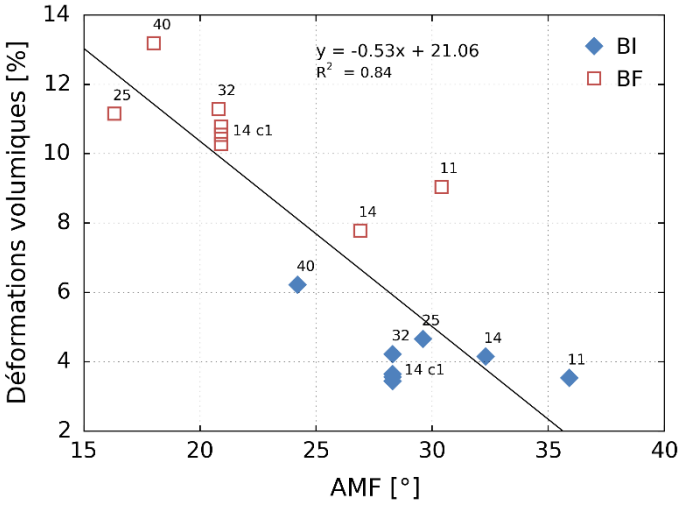


Figure 2.30 – Evolution des déformations volumiques entre 2 et 97% HR avec l'angle des microfibrilles.

4.2. Relation microstructure – sorption d'eau

L'amplitude des déformations de l'échantillon dépend de la quantité d'eau qui pénètre dans le bois comme l'ont montré les courbes déformations-teneur en eau présentées précédemment. Cette quantité d'eau est directement liée à la quantité de matière hygroscopique présente dans le bois.

A l'échelle de la paroi, la concentration en eau massique correspond à la teneur en eau multipliée par la densité apparente de la paroi qui est d'environ 1,52 g.cm^{-3}. Elle est similaire dans le bois initial et le bois final à une humidité donnée car leurs isothermes de sorption sont comparables. En revanche, à l'échelle globale de l'échantillon, la concentration en eau correspond à la masse d'eau divisée par le volume de l'échantillon (m_{eau}/V_{ech}). Cette concentration en eau globale est supérieure dans le bois final du fait de la fraction massique de matière hygroscopique plus élevée (Figure 2.31). Ainsi, en prenant des échantillons de bois initial et de bois final de volume identique, la quantité d'eau sera plus élevée dans le bois final du fait de sa densité plus élevée.

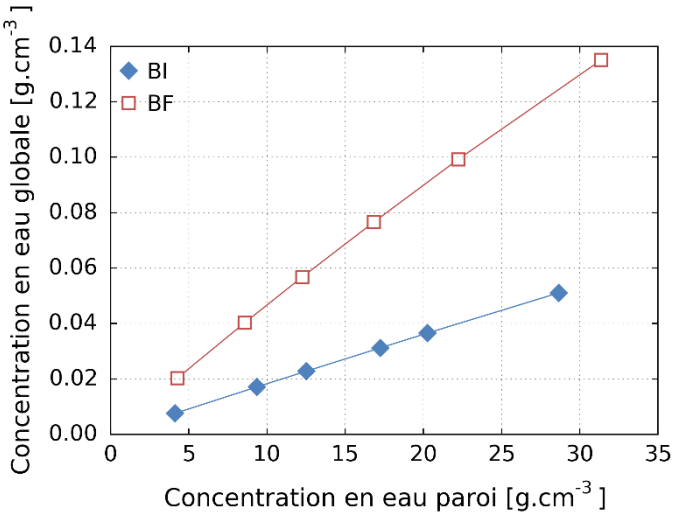


Figure 2.31 – Concentration en eau sur tout l'échantillon en fonction de la concentration en eau dans la paroi du bois initial et du bois final. Cas du cerne 14, côté 1 (courbe moyenne).

4.3. Relations sorption d'eau – comportement hygromécanique

Les relations entre la sorption d'eau et le comportement hygromécanique ont déjà été introduites à travers les courbes d'évolution des déformations avec la teneur en eau. Cette partie vise maintenant à étudier les relations entre la quantité d'eau adsorbée et la variation de volume de l'échantillon associée. Indirectement, cette analyse a pour but de mieux comprendre la relation entre la densité et le gonflement du bois (chemin microstructure→sorption→gonflement).

La variation de volume de l'échantillon ΔV_{ech} et la variation de volume d'eau adsorbée ΔV_{eau} dans l'échantillon entre l'état de référence 0 et l'état humide h sont données par les équations suivantes :

$$\Delta V_{ech} = V_h - V_0 \tag{2.24}$$

$$\Delta V_{eau} = \frac{m_h - m_0}{\rho_{eau}} \tag{2.25}$$

La relation entre ΔV_{ech} et ΔV_{eau} est tracée entre les états à 2% HR et 97% HR, et en prenant une densité de l'eau égale à 1 $g.cm^{-3}$ (Figure 2.32a). Elle est aussi tracée dans tout le domaine hygroscopique pour les échantillons de la série B, en prenant 2% HR comme référence (Figure 2.32b).

Une relation linéaire entre ces deux grandeurs est observée : plus le volume d'eau adsorbée est élevé, plus le volume de l'échantillon augmente. Le coefficient de proportionnalité moyen μ est 0,78 et suggère que toute l'eau adsorbée ne contribue pas au gonflement de la paroi ou qu'un mécanisme de restriction du gonflement ait lieu dû à l'hétérogénéité de la paroi cellulaire comme discuté dans le Chapitre 1. Cette relation est aussi vérifiée dans tout le domaine hygroscopique avec un coefficient de proportionnalité similaire (Figure 2.32b). Notons que μ correspond au R-ratio proposé dans la littérature par Chafe (1986) [88], qui suggère que lorsque $R < 1$, le volume des lumens décroît au cours de l'adsorption (associé à un gonflement macroscopique du bois).

Le coefficient de proportionnalité μ s'exprime par la relation (2.26) et se retrouve aussi dans la relation entre les déformations volumiques ε_V et la teneur en eau w (2.27).

$$\Delta V_{ech} = \mu \, \Delta V_{eau} \tag{2.26}$$

$$\varepsilon_V = \mu \, \rho_{2\%} \, w \tag{2.27}$$

Cette dernière relation montre qu'à une teneur en eau donnée, les déformations volumiques sont proportionnelles à la densité, ce qui est démontré dans la Figure 2.28, et que, pour une densité donnée, elles sont proportionnelles à la teneur en eau, comme le montre la Figure 2.23. La relation 2.27 est conforme aux observations mentionnées dans Kolmann et Coté 1968 [38], comme exprimé au chapitre 1 (§ 3.3.1) avec un coefficient de proportionnalité de l'ordre de 0,8 pour le bois initial et le bois final.

Enfin, l'adsorption d'eau entraine une augmentation de la densité du bois, comme le montre la Figure 2.33, reliée aux évolutions différentes de la masse et du volume des échantillons avec la teneur en eau. Ce résultat est cohérent avec ceux de la littérature [38]. La notion de densité à une teneur en eau donnée, introduite dans le Chapitre 1, est donc importante à prendre en compte. En particulier, dans cette étude, les densités des échantillons seront exprimées pour des états humides (teneur en eau non nulle).

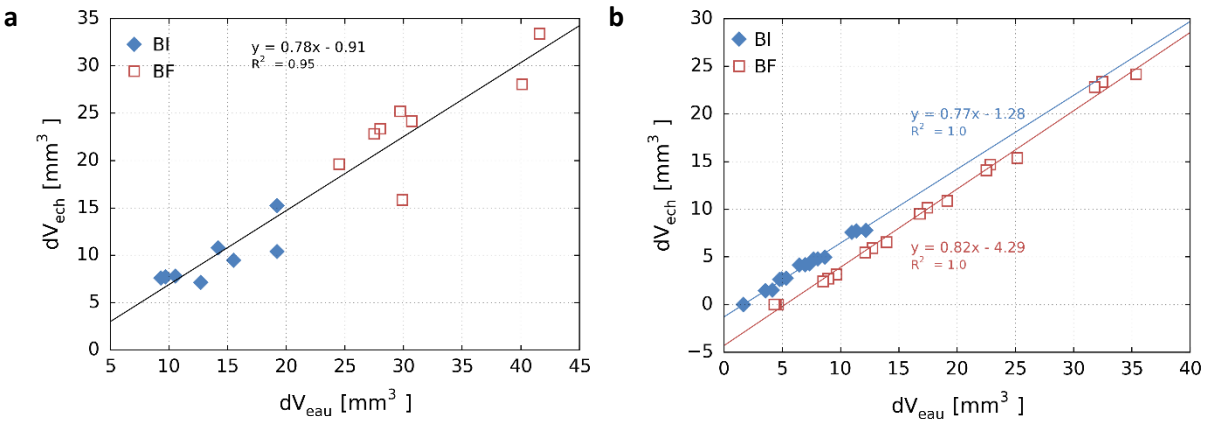


Figure 2.32 – Relation entre la variation de volume de l'échantillon et le volume d'eau adsorbé. (a) Echantillons prélevés dans différents cernes (séries A et B) pour des variations entre 2 et 97% HR. (b) Echantillons de la série B pour tout le domaine hygroscopique.

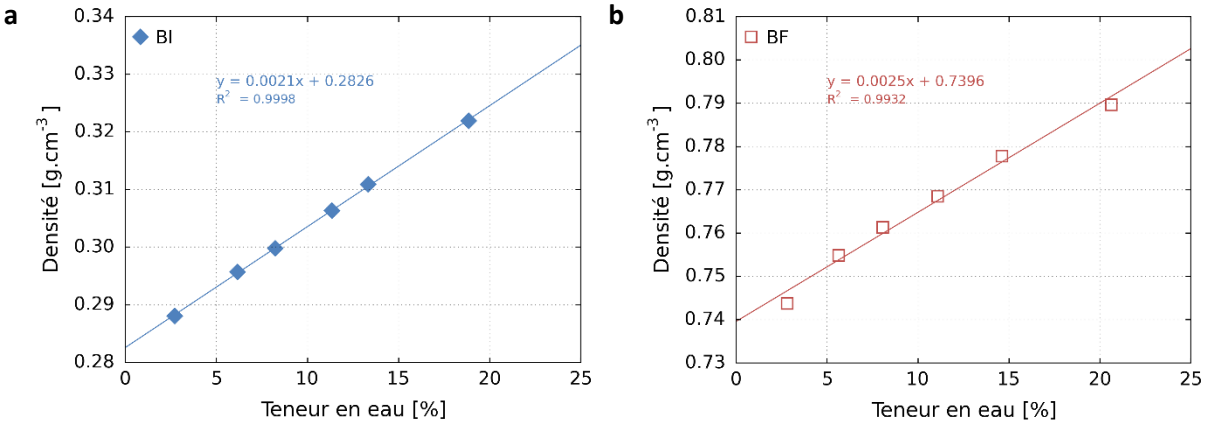


Figure 2.33 – Evolution de la densité du bois avec la teneur en eau. (a) Bois initial. (b) Bois final.

5. Conclusion et problématique de recherche

Des caractérisations expérimentales de la structure, des propriétés de sorption d'eau et du comportement hygromécanique ont permis une comparaison approfondie du bois initial et du bois final prélevé sur plusieurs cernes d'un même arbre. Cette étude a permis de caractériser la structure et le comportement hygromécanique en limitant les facteurs de variabilité.

La morphologie cellulaire beaucoup plus fine du bois initial est à l'origine d'une disparité importante de densité entre les deux types de bois, qui, en outre, n'ont pas la même structure subcellulaire avec un angle des microfibrilles plus faible dans le bois initial. Leurs propriétés de sorption pourraient être quant à elles similaires car leurs isothermes de sorption sont très proches. En revanche, leurs comportements hygromécaniques sont très différents : le bois initial se comporte de manière anisotrope alors que le bois final a un comportement isotrope transverse.

Comme ce qui était annoncé dans la littérature, les déformations dans le plan transverse évoluent quasiment linéairement avec la teneur en eau malgré une légère non-linéarité observée aux faibles et hautes teneurs en eau. Une forte non-linéarité des déformations longitudinales est en revanche montrée avec la présence d'une saturation aux hautes teneurs en eau.

Des relations entre la structure et les déformations hygromécaniques ont tenté d'être déterminées. La présence d'une variabilité inter-cernes non négligeable et de différences entre les deux côtés du barreau de Douglas montre que, pour réussir à établir des relations étroites entre la structure et les propriétés, l'utilisation d'échantillons de bois initial et de bois final prélevés dans un même cerne et à proximité est essentielle afin de limiter la variabilité. Une approche locale et limitée à des analyses au niveau d'un seul cerne semblerait ainsi plus adaptée.

Malgré des relations structure-propriétés mises en évidence à l'échelle macroscopique notamment avec la densité, celles-ci ne semblent pas expliquer pourquoi le bois initial et le bois final n'ont pas le même comportement hygromécanique. Par ailleurs, ces différences suscitent aussi des questionnements sur le comportement du cerne, assemblage de bois initial et de bois final, et de ce qui se passe à la transition entre les deux tissus.

Deux questions semblent ressortir pour essayer de comprendre le comportement hygromécanique à l'échelle du cerne :

- Quelle est l'origine de la différence de comportement hygromécanique entre le bois initial et le bois final, au niveau des déformations transversales ainsi qu'au niveau des déformations longitudinales ?

- Comment le bois initial et le bois final interagissent lors d'une sollicitation hydrique et quel est l'impact de ces interactions sur le comportement hygromécanique du bois ?

La première question fait appel aux mécanismes de déformation à des échelles inférieures à celle du cerne, ainsi qu'aux mécanismes de sorption d'eau dans le bois qui pourraient être différents au sein du bois initial et du bois final. La seconde question concerne quant à elle l'échelle du cerne et les échelles supérieures.

La revue bibliographique et cette étude préliminaire de caractérisation expérimentale permettent ainsi d'introduire les chapitres suivants :

- Les mécanismes de sorption d'eau, à l'échelle des constituants de la paroi cellulaire dans le bois initial et le bois final seront ensuite étudiés à travers des expériences de Résonance Magnétique Nucléaire du proton (^{1}H RMN) et leur implication sur le comportement hygromécanique de ces deux tissus sera évaluée à travers un modèle simplifié à l'échelle subpariétale (Partie II, Chapitres 3 et 4).
- Les interactions mécaniques entre le bois initial et le bois final seront ensuite analysées. La littérature ayant montré que la description du cerne par ces deux uniques constituants est insuffisante, une étude locale du comportement hygromécanique du bois initial et du bois final est proposée à partir d'essais de microtomographie aux rayons X analysés par corrélation d'images volumiques. Les interactions intra-cerne seront analysées en faisant une étude similaire au sein d'un cerne complet (Partie III, Chapitres 5 à 8).

Pour ces deux parties, l'ensemble des essais sera réalisé sur les mêmes échantillons, permettant ainsi une caractérisation intra-cerne de la structure, des propriétés de sorption et du comportement hygromécanique du bois. Les essais réalisés se focaliseront donc sur les échantillons de bois initial et de bois final qui ne présentent pas des propriétés du bois de compression (cerne 14, côté 1). Dans la partie III, l'étude portera aussi sur le comportement d'un cerne complet (bois initial – bois final) prélevé dans le même accroissement annuel que les échantillons de bois initial et de bois final isolés.

PARTIE II – Etude intra-cerne des mécanismes de sorption par ^{1}H RMN et influence sur le comportement hygromécanique

Chapitre 3 - Caractérisation de l'eau liée par Résonance Magnétique Nucléaire du proton

1. Introduction

Le bois initial et le bois final ont des comportements hygromécaniques différents lorsqu'ils sont soumis à des variations d'humidité relative, comme l'ont montré de nombreux travaux de la littérature et les mesures macroscopiques effectuées dans le Chapitre 2. La localisation de l'eau liée et les mécanismes de sorption d'eau dans la structure pariétale sont des phénomènes dont l'influence notable sur le comportement hygromécanique a déjà été suggérée à plusieurs reprises. L'adsorption de l'eau dans les couches tangentielles à la paroi cellulaire a été par exemple proposée pour expliquer la différence de déformations hygromécaniques entre la direction longitudinale et les directions transversales [41]. Aujourd'hui, des simulations de dynamique moléculaire sont effectuées pour essayer de mieux comprendre l'origine du gonflement du bois [32] et illustrent ainsi l'intérêt d'étudier les mécanismes de sorption. Malgré des comportements de sorption dans le bois initial et le bois final qui semblent très proches lorsque leurs isothermes de sorption macroscopiques sont tracées, une caractérisation plus fine des mécanismes de sorption semble nécessaire : les isothermes fournissent une information globale alors que la sorption d'eau liée se produit à l'échelle nanométrique dans la structure très complexe et hétérogène de la paroi cellulaire du bois.

Ainsi, pour mieux comprendre les mécanismes de sorption, il est proposé de caractériser l'adsorption de l'eau liée dans le bois initial et dans le bois final avec la technique de Résonance Magnétique Nucléaire du proton (^{1}H RMN).

2. Méthode ^{1}H RMN

2.1. Etat de l'art

La relaxométrie par Résonance Magnétique Nucléaire du proton (relaxométrie ^{1}H RMN) est une technique expérimentale bien adaptée à l'identification et à la caractérisation de l'eau dans le bois [89] [90] [91] [92] [93] [94] [95] [96] et dans d'autres matériaux cellulosiques [97] [98]. Cette technique permet de discriminer et quantifier les atomes d'hydrogène des molécules d'eau ou autres molécules organiques selon leur environnement local. Celui-ci est caractérisé par la nature et la taille des molécules qui le constituent, qui ont plus ou moins d'affinité avec les molécules étudiées, ainsi que par la taille des pores présents dans le milieu. Ainsi, la relaxométrie ^{1}H RMN est une méthode qui présente un fort intérêt pour les études visant à caractériser l'eau dans des milieux poreux tels que le bois, le béton, les argiles… [99] [100] [101]. Un exemple d'application dans le domaine des technologies du bois est l'optimisation du procédé de modification thermique [102].

L'étude de l'eau dans le bois par ^{1}H RMN a été initiée par Sharp et al. (1978) [89] qui ont mesuré la teneur en eau dans le bois par relaxométrie ^{1}H RMN en une dimension (1D). A travers des mesures de temps de relaxation spin-spin (T_2), il a ensuite été possible de séparer les signaux de l'eau liée et de l'eau libre et ainsi quantifier leurs teneurs en eau respectives [90] [91] [93]. Avec cette même méthode, Almeida et al. (2007) [94] ont également montré sur des essences de bois feuillus que de l'eau libre pouvait être présente pour des teneurs en eau inférieures au PSF. Des mesures à différentes températures ont aussi permis de mesurer le PSF [96]. Dans le domaine hygroscopique, Araujo et al. (1994) [92] ont essayé de séparer les deux formes d'eau liée définies par la théorie de Hailwood and Horrobin (1946) [30], l'eau adsorbée qui forme un hydrate et l'eau qui forme une solution solide. Cependant, le temps d'échanges entre ces deux composantes, relié à la distance de diffusion de l'eau liée dans la paroi cellulaire, s'est avéré être trop court pour permettre leur distinction.

Finalement, des expériences de relaxométrie ^{1}H RMN en deux dimensions (2D), qui consistent à étudier la corrélation entre les temps de relaxation spin-réseau (T_1) et T_2, ont été menées par Cox et al. (2010) [95]. Les spectres de corrélation T_1-T_2 ont permis de montrer qu'il existe deux composantes d'eau dans la paroi cellulaire du bois (Figure 3.1). Elles ont été attribuées à une eau confinée dans les micropores de la paroi cellulaire (pic C) et à une eau moins mobile qui serait à l'origine du gonflement du bois (pic B). Ces deux types d'eau liée ne peuvent pas être différentiés par des expériences de RMN 1D. En effet, leurs temps de relaxation T_2 sont très proches. Sur les spectres T_1, le signal associé à l'eau peu mobile est superposé à celui des polymères constitutifs du bois (pic D). A des teneurs en eau supérieures au PSF, ces spectres permettent aussi de distinguer l'eau libre dans les lumens (pic A) de l'eau liée.

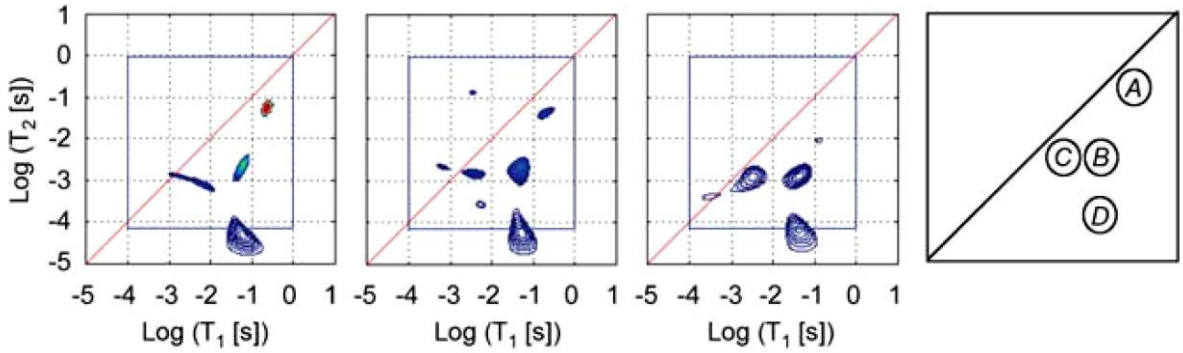


Figure 3.1 – Cartes T_1-T_2 de bois (épicéa) prélevé dans le duramen. De gauche à droite : teneurs en eau de 101, 45 et 14% [95]

Les deux types d'eau liée détectés par la technique de relaxométrie ^{1}H RMN 2D semblent être une piste très intéressante pour essayer d'améliorer la compréhension des mécanismes de sorption d'eau et pour comparer plus finement les caractéristiques de l'eau liée du bois initial et du bois final qu'avec une isotherme de sorption macroscopique. En effet, elles pourraient correspondre aux types d'eau suggérées dans la littérature permettant d'expliquer le comportement hygromécanique. Une caractérisation plus approfondie de ces deux types d'eau liée semble nécessaire, en particulier pour pouvoir trouver leur localisation dans la structure pariétale et évaluer leur impact sur le comportement hygromécanique. Ainsi, l'objectif de ce chapitre est de fournir plus d'informations sur les mécanismes de sorption de l'eau liée dans le bois et de comparer ces mécanismes dans le bois initial et le bois final pour essayer de mieux comprendre leur différence de comportement hygromécanique.

Des mesures de spectres de corrélation T_1-T_2 sont donc effectuées dans tout le domaine hygroscopique sur des échantillons de bois initial et de bois final. La caractérisation des deux types

d'eau liée est étudiée à travers la détermination de leurs propres isothermes de sorption, quantifiées avec la théorie de Dent, et en analysant l'évolution de leurs temps de relaxation T_1 et T_2 avec l'humidité relative.

2.2. ^{1}H RMN

2.2.1. Principe

La relaxométrie par Résonance Magnétique Nucléaire du proton est une technique de spectroscopie qui permet de caractériser l'état d'atomes d'hydrogène (isotopes ^{1}H que l'on notera pour plus de clarté atomes H) au sein de leur environnement local à travers l'étude de leur relaxation. Le noyau des atomes d'hydrogène est constitué d'un unique proton qui possède un moment magnétique intrinsèque **μ** (Figure 3.2).

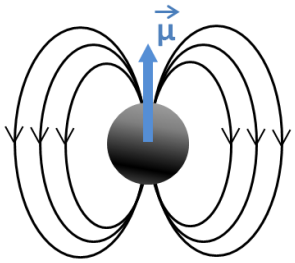


Figure 3.2 – Représentation schématique du moment magnétique intrinsèque d'un atome d'hydrogène (source : Stéphane Rodts, Laboratoire NAVIER).

Dans un échantillon non soumis à un champ magnétique extérieur, ces moments magnétiques sont orientés aléatoirement. La somme de ces moments microscopiques, appelée aimantation macroscopique **M**, est alors nulle. Lorsqu'un champ magnétique extérieur $\mathbf{B_0}$ est appliqué, les moments magnétiques des noyaux des atomes H s'alignent de manière préférentielle dans la direction de $\mathbf{B_0}$. Dans cet état dit d'équilibre, l'aimantation macroscopique a une amplitude M_0. Sa composante longitudinale, le long de la direction de $\mathbf{B_0}$, est notée M_{L0}. Sa composante transversale, qui vaut zéro à l'équilibre, est notée M_{T0} (Figure 3.3). L'application d'une impulsion de radiofréquences (RF) entraine la désorientation du vecteur **M**, qui retourne ensuite à l'état d'équilibre par un mouvement de précession-relaxation autour de $\mathbf{B_0}$.

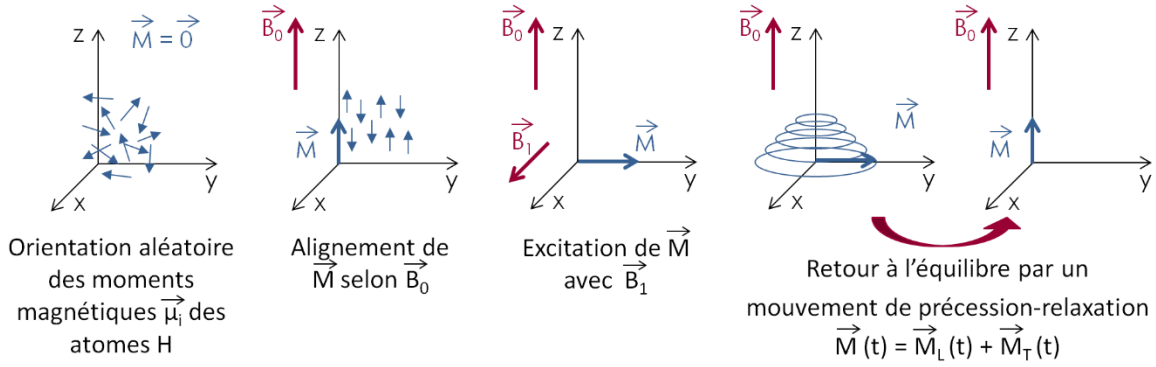


Figure 3.3 – Principe de la technique de Résonance Magnétique Nucléaire du proton (d'après Paméla Faure, Laboratoire NAVIER).

Les amplitudes des composantes de l'aimantation **M**, M_L et M_T, évoluent au cours de la relaxation. Dans cette étude, les expressions des cinétiques de relaxation $M_L(t)$ et $M_T(t)$ utilisées sont :

$$M_L(t) = M_0 - A_1 e^{-\frac{t}{T_1}} \quad (3.1)$$

$$|M_T(t)| = A_2 e^{-\frac{t}{T_2}} \quad (3.2)$$

où A_1 et A_2 sont deux constantes qui dépendent des conditions initiales à t=0. T_1 et T_2 sont les temps de relaxation spin-réseau (longitudinal) et spin-spin (transverse). Ils dépendent de la mobilité des molécules où les atomes H se trouvent, dans le cas présent les polymères constitutifs du bois ou des molécules d'eau. Ils sont aussi reliés à la force des interactions magnétiques entre les spins des atomes H et ceux des espèces chimiques environnantes. Par exemple, plus les interactions sont fortes, plus le temps de relaxation T_2 est court. Les relaxations longitudinale et transverse sont considérées terminées quand un temps d'attente de $5T_1$ et $5T_2$ respectivement est atteint.

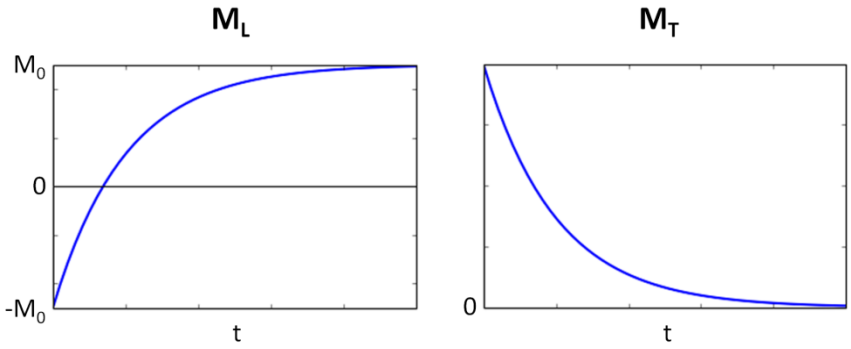


Figure 3.4 – Evolution des amplitudes des composantes M_L (gauche) et M_T (droite) de l'aimantation.

2.2.2. Séquences RMN

L'étude de la relaxation de l'aimantation macroscopique s'effectue par le biais de séquences RMN. Les séquences les plus communes sont tout d'abord présentées, suivies de la séquence permettant l'acquisition de spectres de corrélation 2D T_1-T_2, qui est un couplage des séquences 1D. Ces séquences sont composées d'étapes d'excitation de l'aimantation et d'acquisition du signal RMN. L'excitation est créée en appliquant des d'impulsions RF à 90° (impulsion π/2) ou à 180° (impulsion π) (Figure 3.5). Sur ces schémas, la direction longitudinale correspond à la direction z (orientation du champ magnétique $\mathbf{B_0}$).

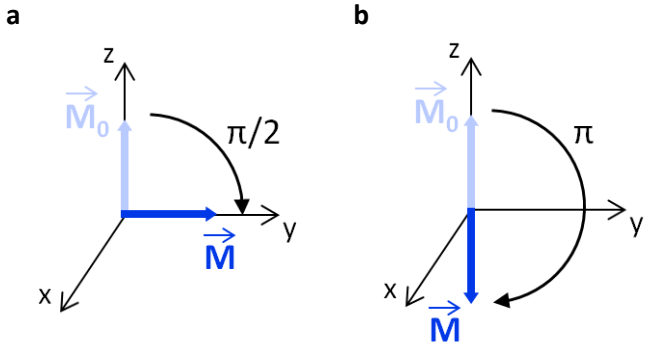


Figure 3.5 – Effet, sur l'aimantation M_0, des impulsions de radiofréquences (a) π/2 (b) et π.

FID

La séquence FID (*Free Induction Decay*) est la séquence la plus simple. Elle consiste à mesurer la cinétique de relaxation de l'aimantation après une excitation par une impulsion π/2 (Figure 3.6). Une fois l'impulsion π/2 appliquée, l'acquisition du signal est effectuée sous la forme d'une succession de N mesures discrètes. L'acquisition ne peut pas être effectuée instantanément après l'impulsion et un temps mort de l'ordre de quelques µs est donc nécessaire, fonction de la sonde RMN utilisée. Par ailleurs, les séquences sont généralement répétées plusieurs fois pour augmenter le rapport signal-sur-bruit. Comme pour les séquences suivantes, un temps minimum entre chaque séquence, appelé temps de répétition (TR), est nécessaire pour permettre à l'aimantation d'atteindre l'équilibre (minimum de $5T_1$ pour la séquence FID). L'intérêt de cette séquence réside dans sa simplicité et dans sa capacité à acquérir la quasi-totalité du signal.

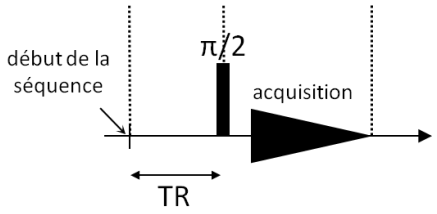


Figure 3.6 – Séquence FID.

Séquences 1D

Les cinétiques de relaxation de systèmes à composantes multiples tels que le bois humide, constitué d'atomes H du bois et d'atomes H de l'eau, apparaissent comme la somme de processus de relaxation indépendants. Les cinétiques de relaxation spin-réseau sont généralement mesurées avec la séquence IR (*Inversion Recovery*) [103] tandis que les cinétiques de relaxation spin-spin sont souvent mesurées avec la séquence CPMG (*Carr-Purcell-Meiboom-Gill*) [104] [105].

La séquence IR (Figure 3.7a) a pour objectif de mesurer la relaxation de la composante longitudinale M_L de l'aimantation (mesures de T_1). Une impulsion π permet tout d'abord de basculer l'aimantation dans sa direction opposée. Or, la mesure du signal ne peut être effectuée que dans le plan transverse (plan xy). Après un délai τ pendant lequel a lieu une partie de la relaxation, une impulsion π/2 est donc appliquée pour pouvoir mesurer l'intensité du signal longitudinal au temps τ dans le plan transverse. L'évolution de M_L au cours de toute la relaxation est obtenue en répétant cette séquence pour plusieurs valeurs de τ.

La séquence CPMG (Figure 3.7b) est une des techniques qui permet de mesurer la relaxation de la composante transversale M_T de l'aimantation (mesures de profils T_2). Elle utilise le phénomène d'échos de spin. Une impulsion π/2 est tout d'abord appliquée pour basculer l'aimantation dans le plan transverse. Après un délai TE/2 (TE = temps d'écho), une série de n impulsions π (impulsions de refocalisation) espacées de TE est appliquée pour créer un train d'échos de spin. L'amplitude du sommet du signal des échos décroît selon la loi qui décrit la relaxation transverse.

Pour obtenir des spectres 1D des temps de relaxation T_1 et T_2, les mesures des relaxations longitudinales et transverses doivent ensuite être exploitées respectivement. La transformation inverse de Laplace (ILT) est alors utilisée pour résoudre et quantifier les différentes composantes du signal [106]. Un rapport typiquement égal à 3 doit exister entre les temps de relaxation de deux composantes pour permettre la séparation de leur signal respectif en deux pics [107]. D'autres biais de la méthode ont aussi été relevés par Faure et Rodts (2008) [100].

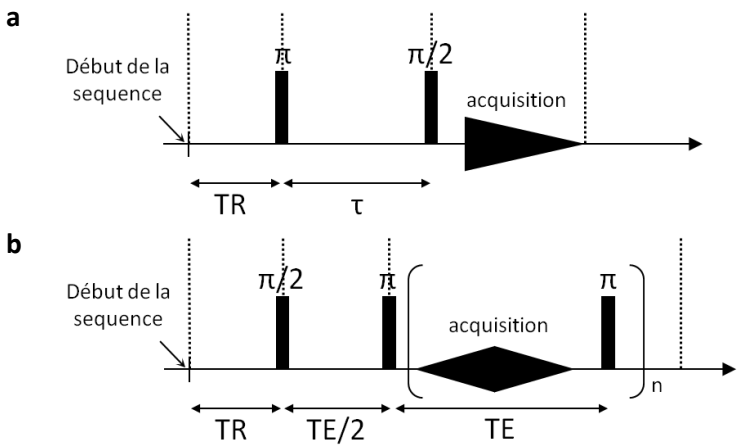


Figure 3.7 – Séquences RMN 1D. (a) Séquence IR. (b) Séquence CPMG.

Séquence 2D

Les spectres de corrélation 2D T_1-T_2 [108] permettent une meilleure séparation des différentes composantes en les classant selon leur couple de valeurs T_1 et T_2. Cette technique a ainsi permis d'identifier deux composantes d'eau liée dans le bois [95] et d'améliorer considérablement les expériences 1D de ^{1}H RMN. Les mesures 2D consistent à coupler les séquences IR et CPMG (Figure 3.8).

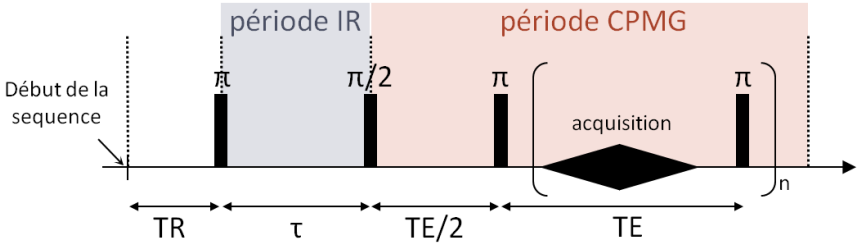


Figure 3.8 – Séquence pour acquérir les données de corrélation T_1-T_2.

Cette séquence est répétée pour différentes valeurs de délai τ, pour lequel l'intensité du signal est enregistrée en haut de chaque écho. Le signal d'une composante d'un échantillon, dont les valeurs de T_1 et T_2 et l'aimantation à l'équilibre W (volume du pic associé) s'écrit :

$$S(\tau, nTE) = W\left(1 - 2e^{-\frac{\tau}{T_1}}\right).e^{-\frac{nTE}{T_2}} \qquad (3.3)$$

Le signal global d'un échantillon possédant plusieurs composantes est vu comme la somme de leur contribution élémentaire. Les spectres 2D sont calculés avec la transformée inverse de Laplace 2D (2D-ILT), pour laquelle un algorithme a été proposé récemment par Song et al. (2002) [109]. Sur ces spectres, chaque composante est identifiée par ses valeurs de T_1 et T_2 et ainsi représentée par un pic (Figure 3.9). Le volume sous chaque pic du spectre 2D – égal à l'intégrale de l'intensité sous le pic – est proportionnel à la quantité d'atomes H associée à cette composante. Les valeurs de T_1 et T_2 de chaque pic sont quant à elles définies comme les coordonnées du point où l'intensité su signal est maximale.

Par ailleurs, les spectres 2D donnent aussi un accès sans ambiguïté aux ratios T_1/T_2. Celui-ci est caractéristique de la mobilité et du confinement des atomes H dans l'échantillon et permet ainsi d'approfondir l'interprétation des spectres. Les valeurs de ratios T_1/T_2 proches de 1, comprises entre 2 et 6, et supérieures à 10 correspondent respectivement à (i) l'eau libre, (ii) l'eau mobile dans un état

libre ou adsorbé et (iii) l'eau liée immobile ou les molécules d'un matériau solide. Les ratios inférieurs à 1 ne sont physiquement pas permis : $T_1 \geq T_2$ [110].

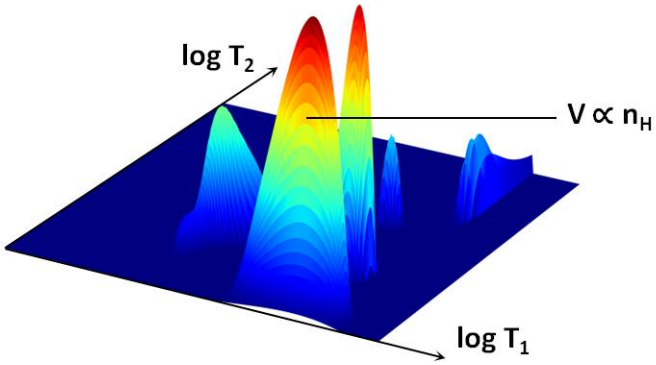


Figure 3.9 – Exemple de spectre de corrélation T_1-T_2 d'un échantillon à composantes multiples (Douglas, bois initial équilibré à 44% HR).

2.2.3. Analyse des données RMN par 2D-ILT

Un des points clefs pour des mesures 2D est le calcul des spectres de corrélation T_1-T_2 à partir des données brutes de RMN. Dans cette thèse, le calcul est effectué avec un logicielessentiellement basé sur l'algorithme 2D-ILT développé en interne au Laboratoire Navier par Stéphane Rodts d'après les travaux de Song et al. (2002) [109].

Les spectres sont illustrés par une matrice de coefficients $a_{i,j}$ dont les colonnes et les lignes correspondent aux temps de relaxation respectifs T_{1i} et T_{2j}, régulièrement espacés sur un axe logarithmique (généralement 100 valeurs par axe) et recouvrant le domaine qui doit être observé (exemple : Figure 3.9). Ces coefficients sont déterminés par la méthode des moindres carrés appliquée aux données RMN en imposant que $a_{i,j} \geq 0$ et en effectuant une régularisation de Tikhonov :

$$\{a_{i,j}\} = \mathrm{ArgMin}_{a_{i,j}\geq 0} \sum_{n,m} \left(S(t_m,nTE) - \sum_{i,j} a_{i,j} K_{i,j,n,m} \right)^2 + \lambda \sum_{i,j} a_{i,j}^2 \qquad (3.4)$$

$$\text{avec } K_{i,j,n,m} = \left(1 - 2e^{-\frac{t_m}{T_{1i}}}\right).e^{-\frac{nTE}{T_{2j}}}$$

où λ est un paramètre positif qui assure la régularité du spectre. Cette régularisation est nécessaire à cause de la nature imparfaitement conditionnée de la méthode des moindres carrées lorsqu'aucune contrainte n'est imposée. La condition $a_{i,j} \geq 0$ (spectre positif) est une supposition physiquement raisonnable dans la plupart des cas. Cette condition est aussi nécessaire d'un point de vue algorithmique. Cette hypothèse avait été critiquée dans le passé car des composantes du spectre négatives existaient pour certains échantillons spécifiques [111] [112]. Malgré plusieurs tentatives, aucune autre solution alternative pertinente n'a pu être proposée jusqu'à aujourd'hui pour traiter les données.

Pour que le problème d'optimisation décrit par l'équation (3.4) puisse être résolu par un PC standard, l'algorithme original remplace l'opérateur kernel K par une approximation SVD (décomposition en valeurs singulières). Cette étape peut être vue comme une sorte de compression de données qui réduit de plusieurs ordres de grandeur le nombre de paramètres à résoudre dans les calculs. Finalement, ce problème simplifié est résolu par un algorithme BRD [113]. Celui-ci ne calcule

pas seulement le spectre pour une valeur de λ donnée, mais, en plus, optimise automatiquement la valeur de λ en fonction du niveau de bruit des données RMN.

2.3. Protocole expérimental

Echantillons

Les mesures de ^{1}H RMN sont réalisées sur trois échantillons appariés de bois initial et trois échantillons appariés de bois final. Ces échantillons font partie de la série B dont la préparation est décrite dans le Chapitre 2 (cerne 14, côté 1). Ce sont les mêmes échantillons que pour les mesures de microtomographie aux rayons X menées dans les Chapitres 6 et 7. Les caractéristiques de ces échantillons sont rappelées dans le Tableau 3.1.

Tableau 3.1 – Caractéristiques des échantillons.

	Bois initial					Bois final				
	BI1	**BI2**	**BI3**	**μ**	**σ**	**BF1**	**BF2**	**BF3**	**μ**	**σ**
$\rho_{2\%HR}$ [g.cm^{-3}]	0,291	0,288	0,286	0,288	0,002	0,745	0,752	0,735	0,744	0,007
AMF [°]	-	-	-	28,3*	-	-	-	-	20,9*	-

* Mesures sur un échantillon apparié

Déroulement de l'expérience

Les mesures sont effectuées **en adsorption** sur les échantillons équilibrés successivement à 2, 23, 44, 65, 80 et enfin 97% HR. Un délai d'une semaine entre chaque mesure est laissé pour que les échantillons puissent atteindre leur équilibre. Pendant cette période, ils sont placés dans des dessiccateurs à 19,9 ±0,2°C dans lesquels se trouve du gel de silice ou une solution saline sursaturée pour contrôler l'humidité relative (voir Chapitre 2). Des mesures de masse sont effectuées avant et après chaque mesure RMN pour vérifier l'état d'équilibre des échantillons. La moyenne des différences de teneurs en eau entre deux mesures de masse est de 0,1%.

Un volume de matière suffisant est nécessaire pour avoir un bon ratio signal-sur-bruit des mesures RMN. Une mesure globale est donc effectuée en regroupant les trois échantillons appariés. Ainsi, les trois échantillons appariés sont insérés dans un tube en verre de diamètre 18 mm. Leur direction radiale est orientée parallèlement à l'axe du tube (Figure 3.10). Pendant la mesure RMN, qui dure plusieurs heures, l'humidité relative est contrôlée avec un petit dispositif inséré dans le tube contenant, selon l'humidité relative étudiée, du gel de silice ou une solution saline sursaturée [114]. Pour garantir l'équilibre des échantillons au moment des mesures RMN, les échantillons sont placés dans le tube la veille de la mesure (protocole qui a été mis en place pour tenir compte du fait que les essais sont réalisés sur un autre site).

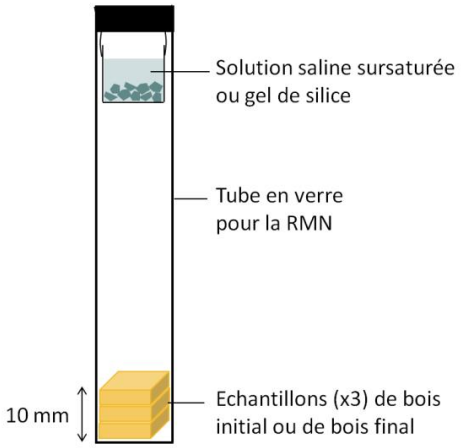


Figure 3.10 – Dispositif pour les mesures de ^{1}H RMN avec contrôle de l'humidité relative.

Les isothermes de sorption moyennes des trois échantillons appariés de bois initial et de bois final déterminées par les pesées réalisées avant l'expérience de ^{1}H RMN sont données dans la Figure 3.11. La dispersion entre les trois échantillons appariés est illustrée par les barres d'erreur représentant l'écart-type. La dispersion des isothermes entre les trois échantillons est très faible dans la majorité du domaine hygroscopique et un peu plus élevée aux hautes teneurs en eau (voir Chapitre 2). Cette faible variabilité suggère que les mesures de ^{1}H RMN devraient être similaires sur les trois échantillons et conforte sur la réalisation d'une unique expérience de ^{1}H RMN par type de bois. Cette courbe montre aussi que les isothermes de sorption du bois initial et du bois final sont très proches avec un écart un peu plus grand aux hautes teneurs en eau, comme ce qui était annoncé dans le Chapitre 2.

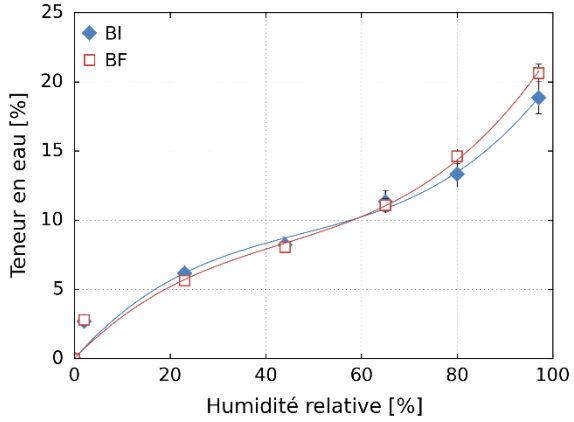


Figure 3.11 – Isothermes de sorption du bois initial et du bois final obtenues par pesée. Moyenne des trois échantillons appariés. Barres d'erreur : écart-type entre les trois échantillons.

Mesures RMN

Un spectromètre BRUKER MINISPEC MQ20 est utilisé (Figure 3.12), fonctionnant à 0,5 T, qui correspond à une fréquence de résonance de 20 MHz pour les noyaux H et qui permet une analyse des échantillons avec un diamètre maximum de 18 mm et une hauteur maximum de 10 mm. Des mesures FID et de spectres T_1-T_2 sont effectuées sur les deux types d'échantillons. Des profils 1D du temps de relaxation T_2 sur un domaine plus étendu ont aussi été acquis pour voir si une composante d'eau liquide pouvait apparaître en-dessous du PSF. Un tel signal n'a pas été observé et ces profils ne sont donc pas présentés ici.

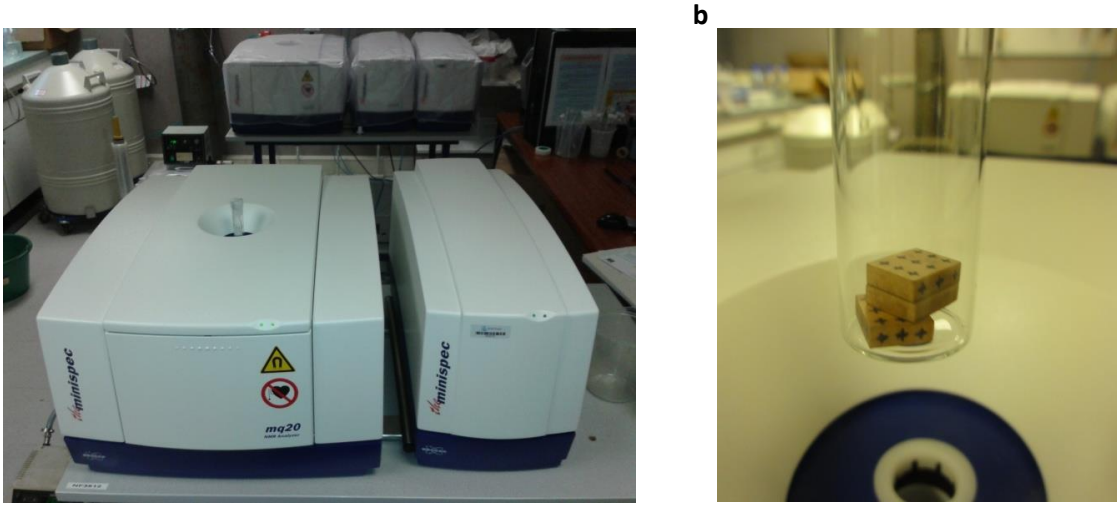


Figure 3.12 – (a) Spectromètre RMN BRUKER MINISPEC MQ20 et (b) partie inférieure du tube contenant les trois échantillons de bois initial.

La séquence FID est réalisée afin de valider les mesures quantitatives de RMN car cette séquence permet la détection de la quasi-totalité des atomes H en mesurant le signal juste après l'émission d'une unique impulsion RF (temps mort de 8 µs). L'intensité du signal FID est ainsi proportionnelle au nombre d'atomes H dans le matériau étudié. La quantité d'atomes H dans le bois est supposée évoluer linéairement avec la masse d'eau dans les échantillons. Cette hypothèse sera vérifiée dans la partie Résultats (Figure 3.13). Une normalisation dans le logiciel d'analyse 2D-ILT conduit à une relation proportionnelle entre l'intégrale du signal total des spectres 2D avec l'intensité FID (coefficient de proportionnalité de 0,0006313).

Pour la séquence T_1-T_2, 60 séquences présentées dans la Figure 3.8 sont lancées successivement en incrémentant, avec un pas régulier défini sur une échelle logarithmique, la valeur du délai τ de la période IR de 0,01 à 1000 ms. Le train d'échos CMPG est composé de 200 échos successifs avec un temps d'écho TE = 60 µs, parmi lesquels 50 échos sont enregistrés. L'échantillonnage est effectué sous la forme d'une série géométrique de 0,06 à 12 ms. Pour augmenter le rapport signal-sur-bruit, la séquence T_1-T_2 est répétée 192 fois pour le bois final et 384 fois pour le bois initial qui génère moins de signal du fait de sa plus faible densité. Un temps de répétition TR supérieur à 5 fois la valeur maximale de T_1 doit être choisi pour assurer un retour complet à l'équilibre entre deux séquences successives. Dans cette expérience, le temps de répétition est fixé à TR = 1 s. Cette valeur permet aussi d'éviter un échauffement de l'appareil et de garder la température des échantillons constante.

Les paramètres utilisés pour les séquences FID et T_1-T_2 et sont résumés dans le Tableau 3.2.

Tableau 3.2 – Paramètres des séquences FID et T_1-T_2.

Séquence	Nombre de scans [-]	TR [s]	Temps mort [µs]	Durée de l'acquisition [ms]	τ [ms]	Pas CPMG [ms]	Durée CPMG [ms]
FID	256 (BI) 128 (BF)	12	8	5	-	-	-
T_1-T_2	384 (BI) 192 (BF)	1	8	5 par sommet d'écho	0,01-1000 (60 valeurs)	0,06	12

Concernant le traitement des données RMN des séquences T_1-T_2, l'algorithme décrit précédemment est corrigé à cause de la présence de certaines imperfections. Le nombre de conditionnement pour l'approximation SVD est augmenté à 10^6 car il a été observé que des plus faibles

valeurs ne suffisent pas et produisent une erreur significative sur les spectres calculés. De plus, l'algorithme BRD est utilisé uniquement pour calculer les spectres à une valeur fixe de λ car la procédure d'optimisation de λ n'arrivait pas à converger dans certains cas. A la place, une approche plus robuste et traditionnelle (« courbe en S ») est utilisée, consistant à choisir la valeur de λ la plus élevée. Cette méthode permet encore d'obtenir une bonne qualité d'ajustement [106].

Enfin, une fois les spectres 2D obtenus, les volumes sous chaque pic sont calculés en sommant les intensités du signal dans le domaine T_1-T_2 du pic concerné. Les valeurs de T_1 et T_2 de chaque pic sont calculées en déterminant les coordonnées du point d'intensité maximale.

2.4. Analyse d'erreur

2.4.1. Sources d'erreur

Les sources d'erreur prises en compte dans cette étude sont les suivantes :

(i) Les variations éventuelles de teneur en eau pendant chaque expérience de RMN, quantifiées en pesant les échantillons avant et après chaque expérience.

(ii) La variabilité des propriétés de sorption entre les trois échantillons appariés, évaluée par des mesures gravimétriques (pesées) sur chaque échantillon séparé. Elles permettent de vérifier que le protocole d'échantillonnage assure une très petite variabilité entre les trois échantillons.

(iii) La stabilité de l'appareil de RMN, car l'expérience a une durée totale de plusieurs semaines. Des calibrations avec un échantillon de référence sont systématiquement effectuées.

(iv) La procédure de traitement des données 2D-ILT dont les incertitudes peuvent affecter les valeurs mesurées sur les spectres (volume sous les pics et leurs valeurs de T_1 et T_2).

La quantification des incertitudes causées par ces différents paramètres permet de calculer les incertitudes sur la teneur en eau mesurée par RMN et sur les valeurs de T_1 et T_2.

2.4.2. Incertitudes sur la teneur en eau

Les teneurs en eau B et C sont mesurées à partir des intensités de leur signal respectif, et de la relation entre la masse d'eau adsorbée, obtenue par pesée, et l'intensité du signal RMN (voir partie Résultats).

$$w_{i,h}\,[\%] = \frac{I_{i,h}}{s \times m_h} \times 100 \tag{3.5}$$

où $I_{i,h}$ est l'intensité du signal RMN du pic i à l'humidité relative h, m_h est la masse de l'échantillon à l'humidité relative h et s le coefficient reliant $I_{i,h}$ et m_h (pente de la courbe).

Expression des incertitudes sur la teneur en eau

L'incertitude sur la teneur en eau s'exprime en fonction des incertitudes sur les mesures de l'intensité du signal RMN, de la masse de l'échantillon et du coefficient s :

$$dw_{i,h}\,[\%] = \frac{\partial w_{i,h}}{\partial I_{i,h}} dI_{i,h} + \frac{\partial w_{i,h}}{\partial s} ds + \frac{\partial w_{i,h}}{\partial m_h} dm_h \tag{3.6}$$

$$dw_{i,h}\,[\%] = \left[\frac{1}{s m_h} dI_{i,h} - \frac{I_{i,h}}{s^2 m_h} ds - \frac{I_{i,h}}{s {m_h}^2} dm_h \right] \times 100 \tag{3.7}$$

Comme $I_{i,h}>0$, $s>0$ et $m_h>0$, l'incertitude absolue est :

$$\Delta w_{i,h}\,[\%] = \left[\frac{1}{s m_h} \Delta I_{i,h} + \frac{I_{i,h}}{s^2 m_h} \Delta s + \frac{I_{i,h}}{s m_h^2} \Delta m_h \right] \times 100 \tag{3.8}$$

Incertitudes sur l'intensité du signal

Des incertitudes liées à la méthode d'analyse 2D-ILT peuvent apparaître et affecter la distribution 2D du signal et donc les valeurs d'intensité des différents pics (volumes sous les pics). La stabilité de la méthode 2D-ILT est analysée en ajoutant un bruit blanc sur un signal modèle proche des données expérimentales, comme proposé par Cox et al. (2010) [95]. L'intensité de chaque pic de la carte T_1-T_2 bruitée est déterminée. Cette procédure est répétée dix fois avec un bruit blanc choisi aléatoirement. L'incertitude sur les valeurs mesurées est alors définie comme l'écart-type des 10 intensités mesurées. Cette expérience est effectuée pour l'ensemble des cartes T_1-T_2 (une carte par humidité relative pour chaque échantillon, soit 12 expériences, soit 120 cartes bruitées générées et analysées).

$$\Delta I_{i,h}\,[-] = \sqrt{\frac{1}{n} \sum_{j=1}^{n=10} \left[\left(I_{i,h}\right)_j - \overline{I_{i,h}} \right]^2} \tag{3.9}$$

Incertitudes sur le coefficient reliant le signal FID à la teneur en eau

L'incertitude sur le coefficient s est déterminée à partir de son expression simplifiée :

$$s = \frac{FID_{97} - FID_2}{m_{97} - m_2} \tag{3.10}$$

où FID_{97} et FID_2 sont les intensités du signal FID des échantillons équilibrés à 97% et 2% HR, et m_{97} et m_2 sont les masses totales des trois échantillons équilibrés à 97% et 2% HR.

En considérant que les incertitudes absolues sur le signal FID ne varient pas avec l'humidité relative ($\Delta FID_{97} = \Delta FID_2 = \Delta FID$), l'expression des incertitudes sur s est :

$$\Delta s = \frac{2\,\Delta FID}{m_{97} - m_2} + \frac{FID_{97} - FID_2}{(m_{97} - m_2)^2} (\Delta m_{97} - \Delta m_2) \tag{3.11}$$

ΔFID est déterminée à partir de l'écart-type des signaux FID mesurés successivement sur un échantillon témoin (plastique) :

$$\Delta FID = \frac{\sigma_n}{\sqrt{n}} \tag{3.12}$$

Enfin, les incertitudes sur les masses totales sont calculées comme décrit dans le Chapitre 2.

Incertitudes sur la masse des échantillons

Les incertitudes sur la masse de l'échantillon sont déterminées selon la procédure décrite dans le Chapitre 2.

2.4.3. Incertitudes sur les valeurs de T_1 et T_2

Les incertitudes sur les valeurs de T_1 et T_2 sont déterminées avec la même méthode que pour l'intensité du signal, mais en évaluant cette fois-ci l'écart-type des valeurs T_1 et T_2 sur les 10 spectres

bruités simulés. Seulement l'effet du bruit est donc pris en compte. Cependant, si les problèmes connus de la procédure 1D-ILT sont étendus au cas 2D [100], une incertitude supplémentaire peut s'ajouter en raison de l'interaction « mathématique » entre les pics voisins. En effet, les valeurs T_1 et T_2 peuvent facilement être sous- ou surestimées par un facteur 1,5 sans qu'il y ait un sens physique particulier.

2.4.4. Synthèse des incertitudes

Les incertitudes sur les différents paramètres et sur la teneur en eau sont données dans le Tableau 3.3. Les valeurs présentées sont les moyennes des incertitudes sur toutes les humidités relatives.

Tableau 3.3 – Incertitudes moyennes sur les mesures de RMN.

	ΔI_B [uFID]	ΔI_C [uFID]	Δs [uFID.g^{-1}]	Δm [g]	Δw_B [%]	Δw_C [%]	ΔT_{1B} [ms]	ΔT_{1C} [ms]	ΔT_{2B} [ms]	ΔT_{2C} [ms]
Bois initial	0,06	0,05	9	0,0004	0,6	0,4	5	0,3	0,03	0,04
Bois final	0,06	0,2	3	0,0005	0,2	0,3	3	0,2	0,02	0,03

2.5. Analyse des isothermes de sorption

L'analyse des isothermes de sorption se base sur la théorie de Dent (1977) [29], où l'évolution de la teneur en eau adsorbée en fonction de l'humidité relative s'exprime par :

$$\frac{w}{w_m} = \frac{b_0 HR}{(1 - bHR)(1 - bHR + b_0 HR)} \tag{3.13}$$

où w est la teneur en eau [g/g de bois anhydre], w_m est la teneur en eau théorique de l'eau primaire lorsque sa saturation est atteinte [g/g de bois anhydre], et HR est l'humidité relative [-].

Cette analyse permet de discuter de l'état thermodynamique de l'eau liée. Les deux constantes b_0 et b, sans dimension, sont reliées à la variation d'énergie de Gibbs entre l'eau à l'état libre et l'eau à l'état adsorbé, ΔG_0 et ΔG respectivement :

$$\text{Eau primaire : } \Delta G_0 \text{ [J.mol}^{-1}\text{]} = - RT\ln(b_0) \tag{3.14}$$

$$\text{Eau secondaire : } \Delta G \text{ [J.mol}^{-1}\text{]} = - RT\ln(b) \tag{3.15}$$

où R = 8,314 J.mol^{-1}.K^{-1} est la constante des gaz parfaits et T est la température [°K]. L'humidité relative à laquelle l'eau secondaire commence à s'adsorber (w/w_m=1) est notée HR_m. Ces paramètres physiques sont obtenus par un ajustement de ce modèle aux données par la méthode des moindres carrées.

3. Résultats et discussions

3.1. Validation des mesures de RMN

La Figure 3.13 montre l'évolution de l'intensité du premier point de mesure du signal FID en fonction de la masse d'eau adsorbée obtenue par pesée. A 2% HR, le signal correspond principalement aux atomes H des molécules du bois (cellulose, hémicelluloses, lignine). Ainsi, il est vérifié que le ratio du signal FID bois initial-bois final à 2% HR est égal à 2,9 et est très proche du ratio de leur densité à 2% HR, égal à 2,6. Une dépendance linéaire est trouvée entre le signal FID et la masse d'eau adsorbée. De plus, la pente s est très proche pour le bois initial et le bois final (152 g^{-1} et 155 g^{-1}). Ce résultat prouve la capacité de la ^{1}H RMN à détecter et quantifier les atomes H de l'eau.

Cette même procédure est menée sur le signal total des spectres de corrélation T_1-T_2, converti en unités FID (coefficient de proportionnalité de 0,0006313 entre le signal des spectres et le signal FID). Une évolution linéaire entre le signal total des spectres de corrélation T_1-T_2 avec la masse d'eau adsorbée est aussi observée.

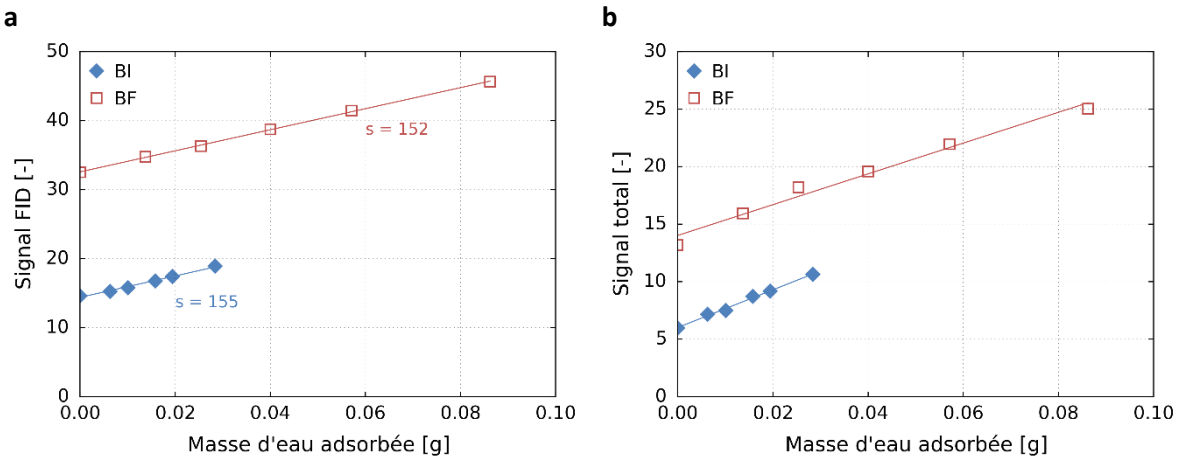


Figure 3.13 – La quantité d'atomes H dans le bois évolue linéairement avec la masse d'eau dans l'échantillon. (a) Signal FID et (b) intégration du signal total des spectres de corrélation T_1-T_2 en fonction de la masse d'eau adsorbée. Les valeurs de s correspondent aux pentes des courbes de tendance linéaire.

3.2. Spectres de corrélation T_1-T_2

Dans tout le domaine hygroscopique, cinq pics principaux apparaissent sur les spectres de corrélation T_1-T_2 du bois initial et du bois final, comme le montre la Figure 3.14 correspondant à 65% HR. L'évolution des spectres avec l'humidité relative est montrée dans la Figure 3.16, où les faibles valeurs du signal (<2 et <5 pour le bois initial et le bois final respectivement) ont été enlevées pour mettre en valeur les pics B et C. A noter que les intensités du signal sur les spectres 2D n'ont pas été converties en unités FID.

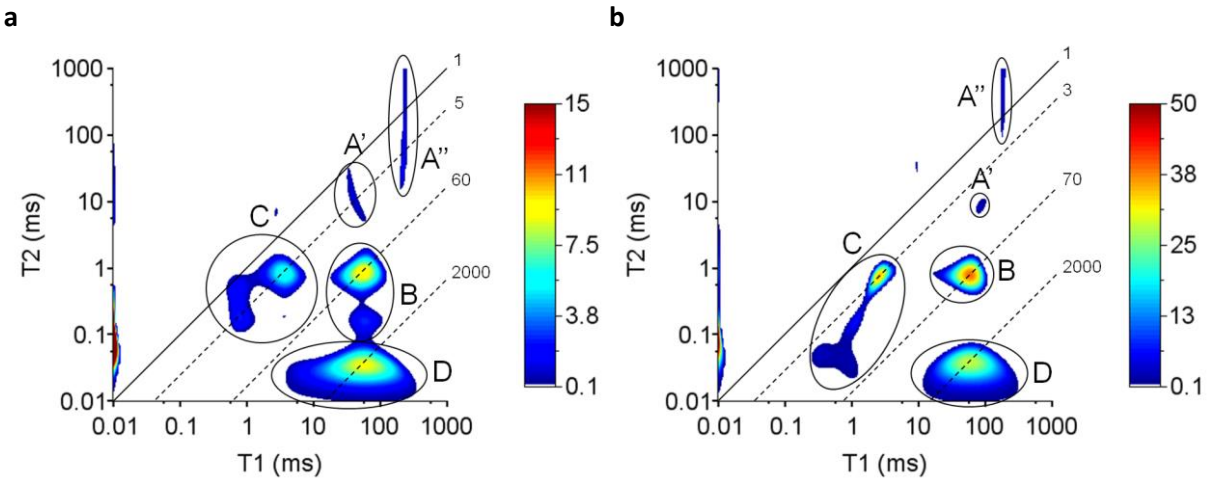


Figure 3.14 – Spectres de corrélation T_1-T_2 (a) du bois initial et (b) du bois final équilibrés à 65% HR. Les lignes obliques correspondent aux valeurs des ratios T_1/T_2 indiqués.

Le pic D est identifié comme étant le signal des atomes H appartenant aux molécules du bois. Son long T_1 et son court T_2 (avec $T_1/T_2 \approx 2000$) sont la signature de molécules relativement rigides avec peu de mobilité [95]. En outre, son volume reste constant malgré les variations d'humidité relative (3,8 ±0,1 and 10,0 ±0,6 (unités FID) pour le bois initial et le bois final respectivement).

Les pics B et C sont attribués à l'eau liée. En effet, leur ratio T_1/T_2 est bien plus faible que celui du pic D, suggérant une plus grande mobilité. De plus, la somme des volumes sous les pics B et C, exprimée en unités FID, évolue linéairement avec la masse d'eau adsorbée déterminée par pesée (Figure 3.15) et conforte sur cette attribution. La pente est très proche de celle trouvée avec les mesures FID présentées dans la Figure 3.13a. La position du pic B indique qu'il pourrait être un pic d'échange entre les pics C et D, formant ainsi un carré d'échange de type B [112]. Cependant, aucun pic en dehors de la diagonale des spectres T_2-T_2 n'a été observé dans les expériences similaires réalisées par Cox et al. (2010) [95]. Par conséquent, les pics B et C correspondent à l'eau liée, qui doit être localisée dans deux réservoirs distincts. Comparé au pic C, le pic B a un ratio T_1/T_2 plus élevé, indiquant des mouvements moléculaires plus restreints : les molécules d'eau du pic B ont donc des interactions plus fortes avec les molécules du bois sur lesquelles elles sont adsorbées, comme montré par Cox et al. [95].

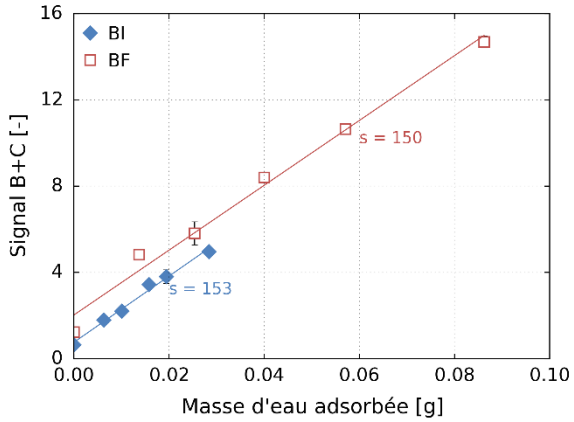


Figure 3.15 – Evolution de la somme des signaux des pics B et C avec la masse d'eau adsorbée. Le terme s correspond à la pente des régressions linéaires.

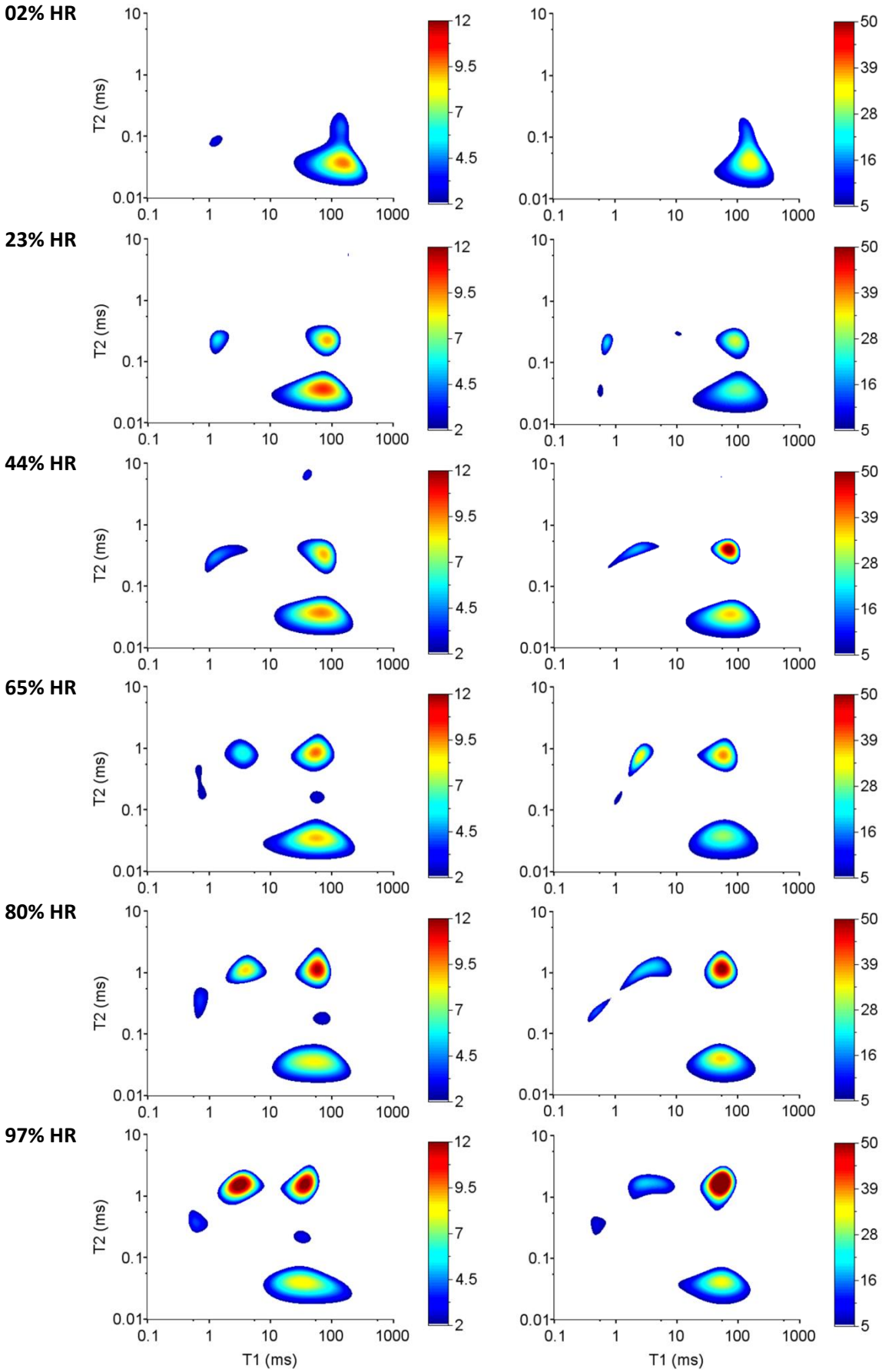


Figure 3.16 – Evolution des spectres de corrélation T1-T2 avec l'humidité relative (états équilibrés). Gauche : bois initial. Droite : bois final.

Finalement, les pics A' and A'' sont assignés à l'eau liquide qui pourrait être présente dans les larges pores en-dessous du PSF [94]. En effet, leurs valeurs de T_1 et T_2 sont élevées et le ratio T_1/T_2 est compris entre 1 et 5. La position du pic A'', située légèrement au-dessus de la diagonale $T_1=T_2$, est probablement une erreur de position du fait de la très faible intensité de ce signal.

3.3. Evolution des valeurs de T_1 and T_2 avec l'humidité relative

Comme observé sur la Figure 3.17, que ce soit pour le pic B ou le pic C, le bois initial et le bois final présentent des évolutions similaires des valeurs de T_1 et T_2 avec l'humidité relative. Bien que le bois initial et le bois final n'aient pas la même proportion de constituants chimiques dans leurs parois cellulaires [115], ce résultat indique que la nature des sites de sorption est quasiment similaire dans le bois initial et le bois final, c'est-à-dire qu'ils possèdent de nombreuses similarités structurales et chimiques à l'échelle nanométrique, ou que les différences ne sont pas observables par relaxométrie RMN.

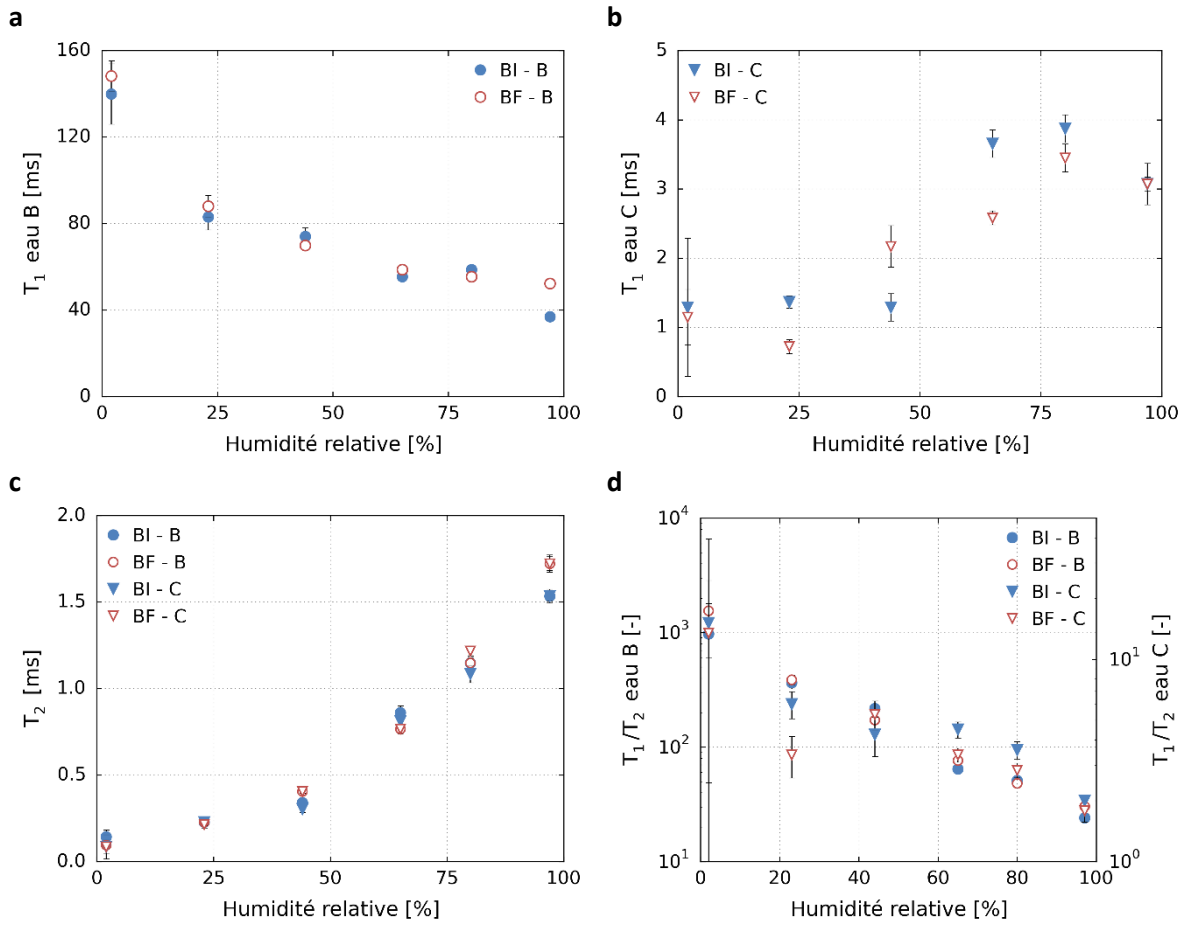


Figure 3.17 – Evolution en fonction de l'humidité relative (a) des valeurs de T_1 du pic B, (b) des valeurs de T_1 du pic C, (c) des valeurs de T_2 des pics B et C et (d) du ratio T_1/T_2 des pics B et C.

Par ailleurs, le ratio T_1/T_2 des pics B et C décroît de manière continue quand l'humidité relative augmente (Figure 3.17) : il est réduit d'un facteur 46 et 8 respectivement, révélant que les deux types d'eau gagnent en mobilité quand le nombre de molécules d'eau adsorbée – ou teneur en eau – augmente. L'analyse plus fine des évolutions individuelles des valeurs de T_1 et T_2 est plus délicate. Néanmoins, une augmentation des valeurs de T_2 avec l'humidité relative est observée et supporte l'idée de l'augmentation de mobilité. Cependant, il n'est pas encore évident de savoir si la mobilité

concerne les molécules d'eau elles-mêmes ou les molécules sur lesquelles l'eau est adsorbée, qui sont possiblement mobiles. Comme Cox et al. [95] l'ont fait remarquer, l'énergie d'adsorption des sites de sorption devrait aussi probablement changer lorsque la teneur en eau augmente. De plus, un assouplissement de la structure du bois aux hautes humidités relatives pourrait aussi avoir lieu [18]. L'augmentation de la teneur en eau entrainerait une diminution du nombre de liaisons hydrogènes dans la structure moléculaire et une augmentation de la porosité ce qui induirait une meilleure mobilité des molécules d'eau situées dans la structure [32].

Finalement, le ratio T_1/T_2 ne semble pas se stabiliser aux hautes humidités relatives contrairement à ce qui est habituellement observé dans les systèmes rigides tels que les silices poreuses [116] [117] [118]. Cette observation suggère que les molécules d'eau qui apparaissent aux hautes humidités relatives pourraient encore intensifier la mobilité et interagir avec leur environnement. Ce résultat n'est pas en accord avec l'interprétation de Cox et al. [95] concernant leur attribution de l'eau C dans des réservoirs d'eau liquide.

3.4. Isothermes de sorption

3.4.1. Détermination des isothermes de sorption

Les isothermes de sorption sont calculées en utilisant le coefficient de proportionnalité α (égal à 152 ±6 g^{-1}) de la relation linéaire entre le signal FID et la masse d'eau adsorbée observée dans la Figure 3.13. Il permet de convertir le signal RMN – exprimé en unités FID – en masse d'eau adsorbée, sous réserve de conditions expérimentales similaires. Ainsi, pour calculer les isothermes de sorption, l'équation suivante est utilisée :

$$I_{x\%} - I_{2\%} = \alpha\,(m_{x\%} - m_{2\%}) \tag{3.16}$$

où $I_{x\%}$ et $I_{2\%}$ (exprimés en unités FID) sont les intensités du signal RMN aux humidités relatives X% et 2% HR (état d'équilibre) et $m_{x\%}$ et $m_{2\%}$ [g] sont les masses d'eau du bois équilibré aux humidités relatives X% et 2% HR. Etant donné que les intensités de signal RMN associées aux atomes H de l'eau B et de l'eau C peuvent être mesurées séparément par les expériences 2D de RMN et que $m_{2\%}$ est connue, l'équation (3.16) peut être utilisée pour calculer $m_{x\%}$ aux différentes humidités relatives analysées. En calculant la teneur en eau à partir de $m_{2\%}$ et $m_{x\%}$, les isothermes de sorption individuelles de l'eau B et de l'eau C peuvent être déterminées. Notons que cette équation est aussi utilisable pour déterminer la masse anhydre des échantillons par extrapolation.

3.4.2. Isothermes de sorption des deux types d'eau liée

Les isothermes de sorption de la totalité de l'eau liée (B+C) du bois initial et du bois final sont montrées dans la Figure 3.18. Les deux courbes sont très proches, confirmant les résultats de la littérature [35]. Leur forme est similaire à l'isotherme de sorption du bois (type II), comme observé avec les mesures par pesée (Figure 3.11).

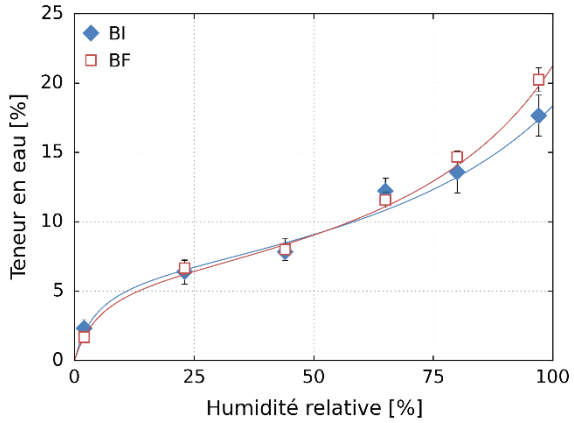


Figure 3.18 – Isothermes de sorption B+C du bois initial et du bois final. Courbe continue : modèle de Dent.

Par ailleurs, les isothermes de sorption individuelles de l'eau B et de l'eau C sont également tracées (Figure 3.19). L'eau B a une isotherme de sorption de type II, dans tout le domaine d'humidité relative étudié pour le bois final, et jusqu'à 65% HR pour le bois initial, tandis que l'eau C a une isotherme de sorption de type III. Ainsi, la forme sigmoïdale de l'isotherme de sorption est en fait l'expression d'une combinaison de deux mécanismes de sorption distincts qui ont lieu dans leurs environnements respectifs.

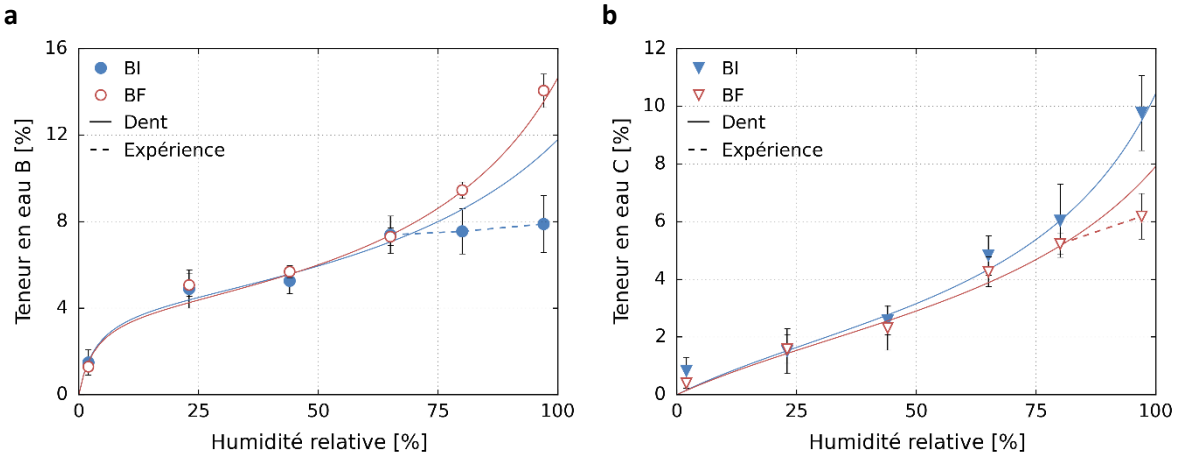


Figure 3.19 – Isothermes de sorption de (a) l'eau B et (b) l'eau C du bois initial et du bois final. Courbes continues : modèle de Dent appliqué seulement jusqu'à 65% HR pour l'eau B du bois initial et 80% HR pour l'eau C du bois final du au phénomène de saturation. Pointillés : points expérimentaux non ajustés au modèle de Dent.

3.4.3. Quantification des isothermes de sorption par la théorie de Dent

La quantification des isothermes de sorption est maintenant effectuée en utilisant la théorie de Dent (1977) [29] : les énergies libres de l'eau primaire et de l'eau secondaire sont calculées pour chaque isotherme de sorption expérimentale, c'est-à-dire pour les isothermes de sorption de B et C (Tableau 3.4). Notons que les valeurs obtenues sont du même ordre de grandeur que celles de la littérature [24].

Tout d'abord, que ce soit pour le pic B ou pour le pic C, l'eau secondaire est plus faiblement liée que l'eau primaire car $\Delta G_0 < \Delta G$. De plus, $\Delta G > 0$ donc l'adsorption de l'eau secondaire est partiellement restreinte, comparée à la condensation de l'eau liquide, par des conditions énergétiques défavorables qui ne sont pas encore comprises. Aussi, les valeurs de l'énergie de Gibbs supportent le fait que l'eau B a des interactions plus fortes avec les molécules sur lesquelles elle est adsorbée que l'eau C car ΔG_{0B}

$< \Delta G_{0C}$. Ce résultat est en accord avec leurs valeurs de T_1 et T_2 ainsi qu'avec l'interprétation habituelle de l'isotherme de sorption de type II qui correspond à une adsorption avec des forces d'attraction plus élevées entre les molécules du bois et de l'eau que l'isotherme de sorption de type III [26] [29]. Les valeurs de x_m appuient aussi ces observations car elles indiquent un démarrage plus précoce de l'adsorption de l'eau secondaire dans l'environnement B que dans l'environnement C.

Tableau 3.4 – Paramètres des isothermes de sorption obtenus par ajustement des données expérimentales au modèle de Dent.

		x_m [%]	y_m [%]	ΔG_0 [kJ.mol^{-1}]	ΔG [kJ.mol^{-1}]
Eau B	**Bois initial**	20,50	4,23	-8,10	1,06
	Bois final	18,61	3,97	-8,25	0,76
Eau C	**Bois initial**	44,84	2,82	-2,60	0,70
	Bois final	49,94	2,90	-2,34	0,96

3.4.4. Comparaison des isothermes de sorption du bois initial et du bois final

Le bois initial et le bois final ont des isothermes de sorption presque identiques jusqu'à 65% HR. En revanche, aux plus hautes humidités relatives, l'isotherme de l'eau B atteint une saturation dans le bois initial alors que dans le bois final, la teneur en eau continue d'augmenter de manière significative. Le comportement inverse est observé pour l'eau C, pour laquelle la teneur en eau augmente moins dans le bois final que dans le bois initial aux hautes humidités relatives.

Les données actuelles de RMN ne permettent pas d'expliquer les différences entre les isothermes de sorption du bois initial et du bois final des eaux B et C. Cependant, une hypothèse en accord avec la positivité de ΔG est proposée : la saturation d'une isotherme de sorption pourrait être due à une capacité d'adsorption limitée, par exemple du fait d'un espace insuffisant ou d'un assouplissement limité de la structure de la paroi cellulaire aux hautes teneurs en eau, qui influence l'arrangement des molécules d'eau [18].

Dans le cas de l'eau B, la valeur de T_2 continue d'augmenter avec l'humidité relative alors que l'adsorption de l'eau B est terminée. Ce constat pourrait indiquer que, malgré que B et C soient situés dans deux environnements distincts, où les échanges d'eau ne sont pas significatifs à l'échelle de temps de l'expérience de RMN, ces environnements pourraient néanmoins être localisés suffisamment proches pour permettre des interactions entre eux, d'une nature qui reste encore floue à ce stade.

3.4.5. Proportion des types d'eau liée

La proportion d'eau B parmi la totalité de l'eau liée est calculée pour chaque humidité relative :

$$f_B\ [-] = \frac{m_B}{m_B+m_C} \tag{3.17}$$

Excepté aux hautes teneurs en eau, l'eau B est en plus grande quantité que l'eau C que ce soit dans le bois initial ou dans le bois final (Figure 3.20). A partir de 65% HR, cette évolution est différente dans le bois initial et le bois final. La proportion d'eau B fluctue entre 0,63 et 0,77 dans le bois final. Dans le bois initial, elle diminue progressivement à partir de 23% HR de 0,76 à 0,45, résultant du phénomène de saturation aux hautes teneurs en eau observé sur l'isotherme de sorption de l'eau B. Différentes tendances ont aussi été observées par Cox et al. [95] entre des échantillons prélevés dans l'aubier et le duramen. L'évolution de la proportion d'eau B semble donc variée selon la zone de prélèvement

dans l'arbre, mais aussi à l'échelle du cerne entre le bois initial et le bois final comme le montrent ces résultats.

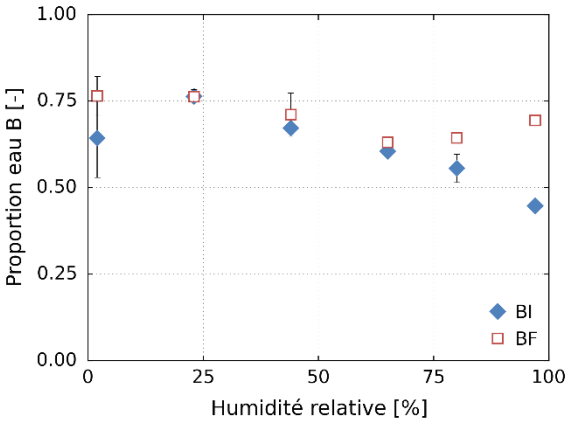


Figure 3.20 – Evolution de la proportion de l'eau B avec l'humidité relative dans le bois initial et le bois final.

4. Conclusion

La relaxométrie 2D ^{1}H RMN dans tout le domaine hygroscopique apporte une nouvelle perception sur la sorption d'eau dans le bois initial et le bois final. Au moyen des spectres de corrélation T_1-T_2, l'eau liée a été séparée en deux composantes qui n'ont pas la même mobilité et sont localisées dans des environnements distincts. Leurs isothermes de sorption respectives ont pu être déterminées en corrélant le signal RMN à des mesures de teneur en eau. Une analyse avec la théorie de Dent a permis de révéler que les forces d'interaction de ces deux types d'eau liée avec les molécules du bois sont inégales. Ces deux composantes ont été observées dans le bois initial et dans le bois final, avec des valeurs de T_1 et T_2 proches et qui évoluent de la même manière en fonction de l'humidité relative, suggérant que l'eau liée est située dans des environnements similaires dans le bois initial et dans le bois final. Cependant, les isothermes de sorption des deux composantes d'eau liée se sont avérées être différentes aux hautes humidités relatives dans le bois initial et dans le bois final, probablement du fait d'une différence de capacité de sorption entre les deux tissus. Des expériences complémentaires seraient nécessaires pour mieux comprendre ces différences.

La présence de ces deux types d'eau liée amène à réfléchir à leur localisation au sein de la paroi cellulaire et à déterminer quel est leur environnement local respectif. Les énergies de sorption fournies par le modèle de Dent, ainsi que les propriétés données par la ^{1}H RMN pourraient être utilisées pour localiser ces deux types d'eau dans la structure du bois à l'échelle pariétale ou subpariétale. Ces deux types d'eau n'ayant pas les mêmes forces d'interaction avec les molécules du bois et ne partageant pas le même environnement local, ils pourraient ne pas agir de la même manière sur le comportement hygromécanique du bois. Leur localisation pourrait donc apporter des éléments de compréhension sur les mécanismes de retrait et gonflement. Par ailleurs, leur évolution avec l'humidité relative étant différente dans le bois initial et le bois final, ils pourraient être à l'origine des différences de comportement hygromécanique observées à l'échelle macroscopique.

Chapitre 4 – Prévision du comportement hygromécanique à partir d'un modèle de l'ultrastructure

1. Introduction

Deux composantes d'eau liée situées dans des environnements distincts ont été mises en évidence dans le bois initial et le bois final par des mesures de ^{1}H RMN. L'enjeu est maintenant d'identifier la localisation de ces deux types d'eau liée au sein de la paroi cellulaire et d'essayer d'évaluer leur impact respectif sur le comportement hygromécanique du bois initial et du bois final.

La présence de deux types d'eau liée dans le bois a été à plusieurs reprises proposée dans la littérature pour essayer d'expliquer notamment la non-linéarité des déformations longitudinales. Des hypothèses sur la localisation des deux types d'eau liée ont été alors suggérées à l'échelle subpariétale.

A partir de cette littérature et des caractéristiques de relaxation RMN des atomes H des deux types d'eau liée détectées par ^{1}H RMN, une hypothèse sur leur localisation dans la structure subpariétale est tout d'abord proposée dans ce chapitre. Une modélisation simplifiée 2D du comportement hygromécanique de la paroi cellulaire est ensuite effectuée et comparée aux mesures expérimentales des déformations à l'échelle du cerne en utilisant la description de la structure subpariétale et de la disposition géométrique des macrofibrilles dans la paroi S2 données dans la littérature. L'impact des deux types d'eau liée, en particulier sur le comportement hygromécanique longitudinal, est finalement discuté.

2. Localisation de l'eau liée dans la structure subpariétale

2.1. Modèle de l'ultrastructure (paroi S2)

Au cours des deux dernières décennies, de nombreux travaux se sont penchés sur la caractérisation fine de la structure du bois à l'échelle subpariétale [119] [120] [121]. La structure à cette échelle concerne l'arrangement des polymères structuraux du bois : la cellulose, les hémicelluloses (glucomannane et xylane pour les résineux) et la lignine. La description proposée ici se focalise sur la paroi S2 qui est prépondérante dans la paroi cellulaire.

Comme présenté dans le Chapitre 1, les longues chaines de cellulose, très rigides selon leur direction axiale, sont regroupées par paquets qui constituent les microfibrilles de cellulose, dont la section a une largeur d'environ 3-4 nm [13] [17]. Les microfibrilles sont elles-mêmes incorporées dans une matrice de glucomannane et assemblées en agrégats appelés macrofibrilles, dont la largeur de la section est d'environ de 20-25 nm (Figure 4.1). Dans la paroi S2, les macrofibrilles sont enroulées de

manière hélicoïdale autour de l'axe longitudinal des trachéides. Cependant, elles ne sont pas tout à fait parallèles entre-elles, mais légèrement ondulées. Des régions inter-macrofibrilles de forme lenticulaire et de l'ordre de 10 nm sont ainsi construites [121]. Ces zones lenticulaires sont remplies d'une matrice de lignine et de xylan. Un arrangement en couches des macrofibrilles selon l'épaisseur de la paroi a aussi été révélé [122].

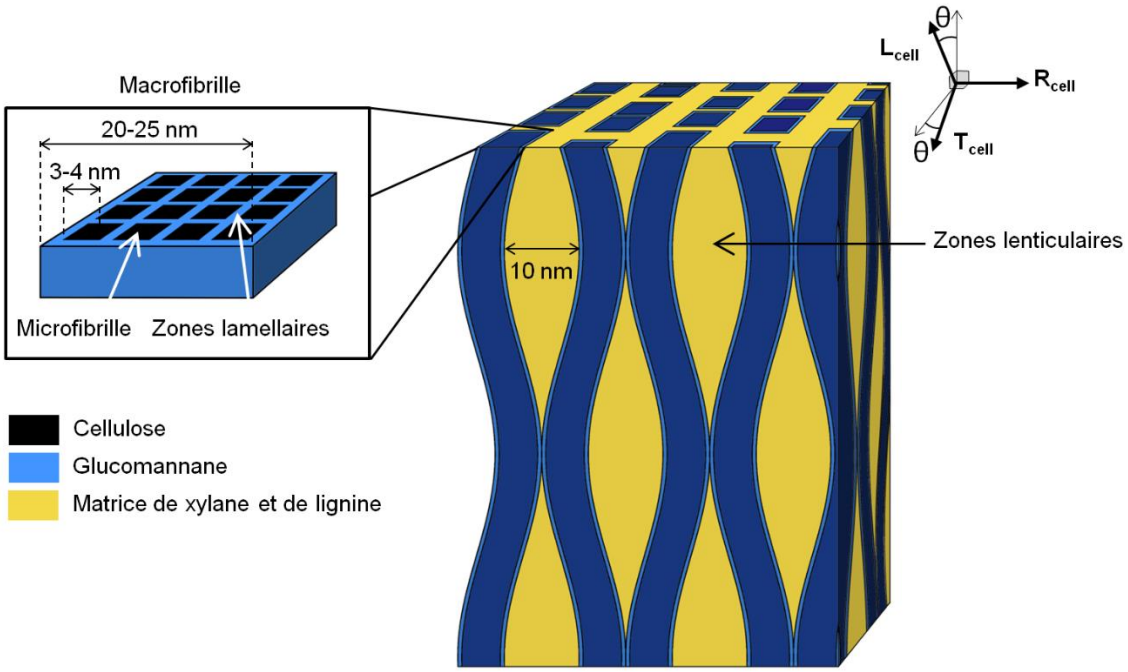


Figure 4.1 – Structure schématique des macrofibrilles, inspirée de Boyd (1982) [16] et de Salmén et Burgert (2009) [120]. Pour plus de clarté, le schéma n'est pas à l'échelle. Il est dessiné dans le repère R_{cell}, T_{cell}, L_{cell}, avec θ correspondant à l'angle des microfibrilles.

Ainsi, la revue bibliographique a montré que la structure de la paroi S2 pourrait être définie par deux zones principales dans lesquelles l'eau pourrait venir s'adsorber :

- **Les régions inter-microfibrilles appelées ici zones lamellaires**. Elles sont principalement constituées de glucomannane, polymère très hydrophile et dont la structure serait orientée préférentiellement selon l'axe des macrofibrilles. Comme reporté par Kulasinski et al. [32], l'eau peut aussi venir s'adsorber à l'interface des microfibrilles de cellulose et du glucomannane. Enfin, les régions amorphes des microfibrilles de cellulose décrites dans le Chapitre 1 sont aussi comptabilisées dans les zones lamellaires. Les zones lamellaires ne doivent pas être confondues avec les régions interlamellaires reportées précédemment (correspondant aux couches disposées tangentiellement à la paroi).
- **Les régions intra-macrofibrilles appelées ici zones lenticulaires**. Elles correspondent aux incrustations décrites par Gril (1988) [15] mais sont ici formées à partir de macrofibrilles et non des microfibrilles. Elles sont constituées majoritairement de xylane et de lignine. L'interface entre les macrofibrilles et la matrice de xylane et de lignine peut aussi être comptabilisée dans les zones lenticulaires.

Les zones lamellaires et lenticulaires se distinguent au niveau de leur composition chimique, de leur localisation ainsi que de leur arrangement. En effet, les zones lamellaires ont un agencement plus ordonné et une structure moins ouverte que les zones lenticulaires où la structure 3D de la lignine favorise le désordre [58].

2.2. Hypothèse sur la localisation de l'eau liée

Les résultats de ^{1}H RMN mettent en évidence la présence de deux types d'eau liée qui ne partagent pas le même environnement local mais qui sont assez proches pour développer un certain degré d'interactions.

Deux régions principales de la structure subpariétale du bois accessibles à l'eau, mais qui ont des environnements de sorption différents apparaissent : les zones lenticulaires et lamellaires (Figure 4.1). Les quelques nanomètres séparant ces régions devraient permettre aux deux types d'eau d'interagir entre eux, tout en empêchant que des échanges aient lieu pendant la durée de l'expérience de ^{1}H RMN (diffusion des molécules d'eau longue par rapport à la durée de l'expérience). La détermination des coefficients de diffusion de l'eau dans ces environnements pourrait permettre de confirmer cette dernière hypothèse. De plus, les propriétés chimiques et structurelles des deux types d'eau doivent être différentes car leurs caractéristiques de relaxation RMN ne sont pas similaires.

Les zones lamellaires sont plus ordonnées et hydrophiles que les zones lenticulaires. Des interactions plus fortes avec les molécules d'eau peuvent donc être développées. L'eau de type B étant plus fortement liée aux molécules du bois, il est donc supposé qu'elle soit localisée dans les zones lamellaires, tandis que l'eau C pourrait être localisée dans les zones lenticulaires.

Notons que, pour un environnement donné, la technique de ^{1}H RMN ne peut pas identifier la nature de chaque molécule d'eau car plusieurs sites de sorption se trouvent à proximité. Par conséquent, les sites d'adsorption des environnements B et C sont supposés être constitués de sites de sorption de différentes natures. Dans le cadre de notre hypothèse, les molécules d'eau B – situées dans les zones lamellaires – seraient alors adsorbées sur des molécules de glucomannan, sur la surface externe des molécules des microfibrilles de cellulose et dans les zones amorphes des microfibrilles. Les molécules d'eau C seraient quant à elles adsorbées sur des sites de sorption du xylan, de la lignine et du glucomannane situé au niveau de l'interface avec les macrofibrilles.

Cette hypothèse diffère de celle proposée par Cox et al. (2010) [95] qui ont considéré l'eau B comme l'eau adsorbée, et l'eau C comme l'eau située dans des petits réservoirs d'eau. Cette dernière ne contribuerait alors pas aux déformations hygromécaniques. Conformément aux résultats de ^{1}H RMN présentés ici et à la structure de la paroi cellulaire, les deux types d'eau devraient interagir avec les molécules de la paroi cellulaire du bois et ainsi induire des déformations hygromécaniques.

Dans la suite de ce chapitre, un modèle faisant intervenir la structure lenticulaire des macrofibrilles, illustrée dans la Figure 4.1, est proposé pour tenter d'expliquer le rôle des deux types d'eau liée B et C dans le comportement hygromécanique du bois.

3. Modélisation du comportement hygromécanique du bois initial et du bois final à partir de l'échelle des macrofibrilles

A partir de la disposition géométrique des constituants de la paroi S2 et de l'hypothèse de la localisation des molécules d'eau B et C, une modélisation simplifiée 2D des déformations hygromécaniques de la paroi cellulaire est proposée. Un passage à l'échelle des échantillons étudiés par ^{1}H RMN (échelle du bois initial et du bois final) met en évidence l'impact sur le comportement hygromécanique (i) du mécanisme de sorption des types d'eau B et C et (ii) de la structure ondulée des macrofibrilles. En particulier, ce modèle permet de discuter sur l'anisotropie de gonflement entre la direction longitudinale L et les directions transversales R et T. Une confrontation entre les mesures expérimentales des déformations et les résultats de la modélisation est enfin proposée.

3.1. Description du modèle

3.1.1. Echelle de la paroi cellulaire S2 dans le repère des macrofibrilles

Modèle géométrique et volume élémentaire représentatif

La structure de la paroi S2 décrite précédemment est composée de macrofibrilles ondulées, constituées de cellulose et de glucomannane et « remplies » de lignine et de xylan. Dans le modèle, cette structure 3D est schématisée en 2D avec des macrofibrilles dont l'ondulation est décrite par une sinusoïde quelque soit la masse d'eau adsorbée (Figure 4.2). Les zones lamellaires sont représentées uniquement par le glucomannan. Les zones amorphes des microfibrilles de cellulose ne sont pas prises en compte. Les zones lenticulaires sont quant à elles représentées par la matrice de xylane et de lignine.

Soit (0,**x**,**y**) le repère orthonormé lié aux macrofibrilles. **x** est la direction dans laquelle sont orientées les macrofibrilles et **y** la direction transversale. Dans cette configuration 2D, les directions **R** et **T** de la paroi cellulaire ne sont pas différenciées.

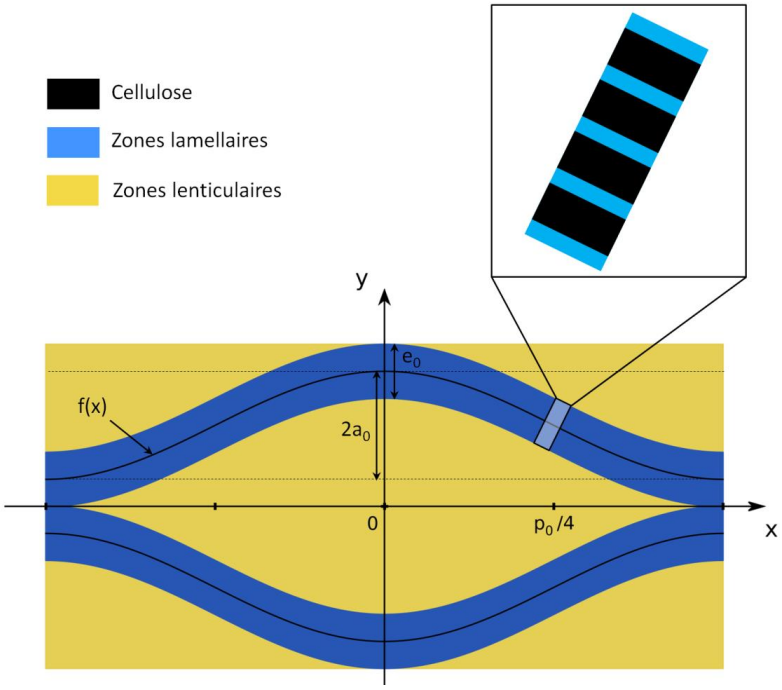


Figure 4.2 – Volume élémentaire représentatif de la structure 2D des macrofibrilles.

L'axe **x** est un axe de symétrie de la lentille. Ainsi, pour simplifier le calcul, le problème est résolu pour tout y>0. La fibre neutre de la macrofibrille supérieure (y>0) est modélisée par une sinusoïde d'amplitude initiale a_0, de période initiale p_0 et de longueur dans le VER q_0. Par rapport à l'axe **y**, l'axe de symétrie de la sinusoïde est décalé d'une distance $a_0 + e_0/2$. La fibre neutre est donc décrite à travers l'équation suivante :

$$f(x) = a_0 \cos\left(\frac{2\pi}{p_0}x\right) + a_0 + \frac{e_0}{2} \tag{4.1}$$

Les macrofibrilles ont une épaisseur initiale e_0 $\forall x$. Elles sont composées de deux phases : les microfibrilles de cellulose et les zones lamellaires constituées de glucomannan. Ces deux phases s'alternent dans la direction normale à la sinusoïde. Leur épaisseur totale est e_{CE} et e_{LA} respectivement, d'où l'expression de la fraction surfacique de zones lamellaires :

$$f_{LA} = \frac{e_{LA}}{e} = \frac{e_{LA}}{e_{LA} + e_{CE}} \tag{4.2}$$

La zone lenticulaire est quant à elle comprise entre les deux sinusoïdes symétriques par rapport à l'axe **x**. Le volume élémentaire représentatif (VER) de cette structure (**Erreur ! Source du renvoi introuvable.**) contient quatre fois la surface d'une demi-lentille et deux fois la surface d'une macrofibrille.

Déformations hygromécaniques des macrofibrilles

Les déformations hygromécaniques des macrofibrilles ε_{MF} correspondent, en 2D, à une variation relative de la surface des macrofibrilles qui s'écrit :

$$\varepsilon_{MF} = \frac{S_{MF} - S_{MF_0}}{S_{MF_0}} \tag{4.3}$$

Cette équation peut s'exprimer en fonction des différents paramètres géométriques du modèle.

Hypothèses

Pour établir cette expression, les hypothèses suivantes sont considérées :

(a) L'eau de type B est adsorbée uniquement dans les zones lamellaires des macrofibrilles en supposant que (i) les variations d'épaisseur des macrofibrilles δe sont petites, (ii) les macrofibrilles ne se déforment pas selon leur direction longitudinale du fait de la rigidité élevée des microfibrilles de cellulose [56] et (iii) l'adsorption de l'eau de type B n'induit pas de déformations des zones lenticulaires.

(b) Les déformations des zones lamellaires, qui sont, en 2D, des variations relatives de surface, sont proportionnelles à une variation de teneur en eau B.

Calculs préliminaires

La surface initiale totale des macrofibrilles dans le VER est définie par :

$$S_{MF} = 2e_0 q_0 \tag{4.4}$$

Dans les macrofibrilles, les zones cristallines des microfibrilles de cellulose n'adsorbent pas d'eau [13]. L'eau B ne peut donc s'adsorber que dans les zones lamellaires (qui ne prennent pas en compte dans ce modèle les zones amorphes des microfibrilles). La surface initiale dans laquelle l'eau B peut s'adsorber – ou surface des zones lamellaires – s'exprime alors par :

$$S_{B0} = f_{LA} S_{MF} = f_{LA} 2e_0 q_0 \tag{4.5}$$

Expression des déformations hygromécaniques

A partir de l'expression de S_{B0}, la variation de surface des zones lamellaires sous l'effet de l'adsorption de l'eau B, supposée petite ($\delta S_B \approx dS_B$), s'écrit :

$$dS_B = \frac{\partial S_B}{\partial e} de + \frac{\partial S_B}{\partial q} dq \tag{4.6}$$

D'après l'hypothèse (a), la longueur des macrofibrilles est constante ($dq = 0$) d'où :

$$dS_B = \frac{\partial S_B}{\partial e} de = 2 f_{LA} q_0 de \tag{4.7}$$

La longueur de la fibre neutre de la macrofibrille supérieure q_0 peut s'écrire en fonction des paramètres a_0, e_0 et p_0 :

$$q_0 = \int_{-p_0/2}^{p_0/2} \left\| \frac{d\overrightarrow{OM}}{dx} \right\| dx = \int_{-p_0/2}^{p_0/2} \sqrt{1 + \frac{4a_0^2\pi^2}{p_0^2} \sin^2\left(\frac{2\pi}{p_0} x\right)}\, dx \tag{4.8}$$

En faisant l'hypothèse que le rapport d'aspect des lentilles est élevé, et ainsi que $(\pi a_0/p_0)^2 << 1$ (cette hypothèse sera validée *a posteriori* dans le § 3.2.1.), un développement limité au premier ordre donne :

$$q_0 = \int_{-p_0/2}^{p_0/2} \left(1 + \frac{2a_0^2\pi^2}{p_0^2} \sin^2\left(\frac{2\pi}{p_0} x\right)\right) dx = p_0 + \frac{a_0^2\pi^2}{p_0} \tag{4.9}$$

Ainsi, l'expression (4.7) devient :

$$dS_B = 2f_{LA}\left(p_0 + \frac{a_0^2\pi^2}{p_0}\right)de = 2f_{LA}p_0\left(1 + \frac{a_0^2\pi^2}{p_0^2}\right)de \quad (4.10)$$

Or, $(\pi a_0/p_0)^2 << 1$ donc :

$$1 + \pi^2\frac{a_0^2}{p_0^2} \approx 1 \quad (4.11)$$

D'où :

$$dS_B \approx 2f_{LA}p_0de \quad (4.12)$$

Par ailleurs, l'hypothèse (b) permet de relier linéairement les variations relatives surfaciques des zones lamellaires avec la variation de teneur en eau B, notée dw_B, à travers un coefficient de proportionnalité β_B (ce facteur de proportionnalité sera explicité au § 3.1.4.) :

$$\frac{dS_B}{S_{B0}} = \beta_B dw_B \quad (4.13)$$

A partir des équations (4.6) et (4.13), la variation d'épaisseur des macrofibrilles en fonction de la variation de teneur en eau de type B est obtenue :

$$de = e_0\beta_B dw_B \quad (4.14)$$

L'effet de l'adsorption de l'eau de type B sur le gonflement des macrofibrilles est illustré dans la Figure 4.3.

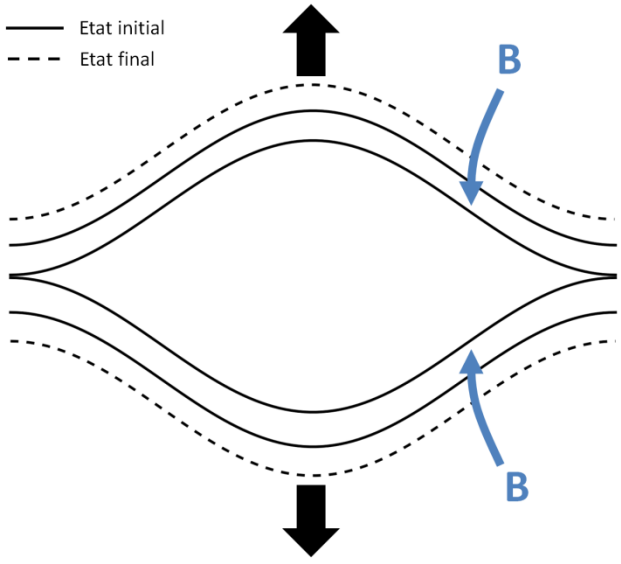


Figure 4.3 – Illustration des déformations des macrofibrilles induites par l'eau B.

Déformations hygromécaniques des zones lenticulaires

De manière similaire, l'expression des déformations hygromécaniques des zones lenticulaires, ε_{LE}, est mise en place. Ces déformations correspondent à une variation relative de la surface des zones lenticulaires :

$$\varepsilon_{LE} = \frac{S_{LE} - S_{LE_0}}{S_{LE_0}} \quad (4.15)$$

Hypothèses

Les hypothèses pour établir l'expression avec les paramètres géométriques de la structure sont les suivantes :

(a) L'eau de type C est adsorbée uniquement dans les zones lenticulaires en supposant que (i) les variations géométriques des zones lenticulaires δa et δp sont petites, (ii) l'adsorption de l'eau de type C n'induit pas de déformations des zones lamellaires (de = 0) et (iii) les macrofibrilles ne se déforment pas selon leur direction longitudinale (dq = 0).

(b) Les déformations des zones lenticulaires sont proportionnelles à une variation de teneur en eau de C.

Calculs préliminaires

La surface initiale des régions dans lesquelles l'eau de type C peut s'adsorber (surface initiale de deux lentilles) peut être obtenue à partir de la surface du VER, S_{VER}, et de la surface des macrofibrilles :

$$S_{C0} = S_{VER} - S_{MF} = (4a_0 + 2e_0)p_0 - 2e_0q_0 \tag{4.16}$$

A partir des expressions (4.9) et (4.11) :

$$2e_0q_0 = 2e_0p_0\left(1 + \frac{{a_0}^2\pi^2}{{p_0}^2}\right) \approx 2e_0p_0 \tag{4.17}$$

D'où :

$$S_{C0} \approx 4a_0p_0 \tag{4.18}$$

En outre, dq = 0 d'après l'hypothèse (a), donc :

$$dq = \frac{\partial q_0}{\partial a}da + \frac{\partial q_0}{\partial p}dp = \left(1 - \pi^2\frac{{a_0}^2}{{p_0}^2}\right)dp + \left(2\pi^2\frac{a_0}{p_0}\right)da = 0 \tag{4.19}$$

Comme $(\pi a_0/p_0)^2 << 1$:

$$1 - \pi^2\frac{{a_0}^2}{{p_0}^2} \approx 1 \tag{4.20}$$

L'équation (4.19) permet alors d'obtenir la relation suivante :

$$\frac{dp}{da} = -2\pi^2\frac{a_0}{p_0} \tag{4.21}$$

Expression des déformations hygromécaniques

Dans le cas des zones lenticulaires, une adsorption globale est considérée, i.e. sans distinction des différents constituants chimiques. A partir de l'expression de S_{C0}, la variation de surface des zones lenticulaires sous l'effet de l'adsorption de l'eau C, supposée petite ($\delta S_C \approx dS_C$), donne :

$$dS_C = \frac{\partial S_C}{\partial a}da + \frac{\partial S_C}{\partial p}dp = 4p_0da + 4a_0dp \tag{4.22}$$

Ainsi, à partir des équations (4.21) et (4.22) :

$$\frac{dS_C}{S_{C0}} = \frac{da}{a_0} + \frac{dp}{p_0} = \frac{da}{a_0}\left(1 - 2\pi^2\frac{{a_0}^2}{{p_0}^2}\right) \approx \frac{da}{a_0} \tag{4.23}$$

D'après l'hypothèse (b), les déformations des zones lenticulaires et la variation de la teneur en eau C dw_C sont reliées par un coefficient de proportionnalité β_C (ce facteur de proportionnalité sera explicité au § 3.1.4.) d'où :

$$\frac{dS_C}{S_{C0}} = \beta_C dw_C \tag{4.24}$$

Les variations de l'amplitude $\delta a \approx da$ et de la longueur $\delta p \approx dp$ de la lentille liées à la variation de teneur en eau de type C sont ainsi :

$$da = a_0 \beta_C dw_C \tag{4.25}$$

$$dp = -2\pi^2 \frac{a_0^2}{p_0^2} \beta_C dw_C \tag{4.26}$$

L'effet de l'eau C sur le gonflement des macrofibrilles est illustré sur la Figure 4.4.

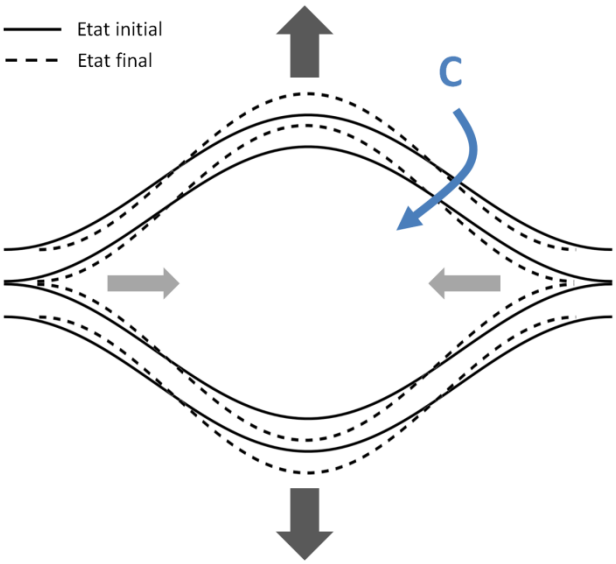


Figure 4.4 – Illustration des déformations des zones lenticulaires induites par l'eau C. L'effet est amplifié afin de mettre en avant le mécanisme de déformation.

3.1.2. Déformations hygromécaniques de la paroi cellulaire S2 dans le repère lié aux macrofibrilles

Les déformations hygromécaniques totales du VER défini dans la Figure 4.2 sont maintenant calculées à partir des variations géométriques des macrofibrilles et des zones lenticulaires en utilisant les teneurs en eau B et C.

Selon les directions **x** et **y**, les variations élémentaires des déformations, $\delta\varepsilon_{xx} \approx d\varepsilon_{xx}$ et $\delta\varepsilon_{yy} \approx d\varepsilon_{yy}$, associées à une variation élémentaire de teneur en eau sont définies par :

$$d\varepsilon_{xx} = \left(\frac{dp}{p_0}\right)_B + \left(\frac{dp}{p_0}\right)_C = \left(\frac{dp}{p_0}\right)_C \tag{4.27}$$

$$d\varepsilon_{yy} = \left(\frac{da+de}{a_0+e_0}\right)_B + \left(\frac{da+de}{a_0+e_0}\right)_C = \left(\frac{de}{a_0+e_0}\right)_B + \left(\frac{da}{a_0+e_0}\right)_C \tag{4.28}$$

Les déformations hygromécaniques de la paroi cellulaire S2 dans le repère lié aux macrofibrilles s'expriment donc par :

$$d\bar{\bar{\varepsilon}} = \begin{bmatrix} -2\pi^2 \frac{{a_0}^2}{{p_0}^2} \beta_C dw_C & 0 \\ 0 & \frac{1}{a_0+e_0}\left(e_0\beta_B dw_B + a_0\beta_C dw_C\right) \end{bmatrix}_{(0,x,y)} \quad (4.29)$$

3.1.3. Echelle de la paroi cellulaire S2 dans le repère des trachéides

Soit (0, **L**, **t**) le repère orthonormé lié au matériau bois. **L** est la direction longitudinale du bois et **t** une direction du plan transverse du bois (Figure 4.5), considérée équivalente par rapport aux directions **R** et **T**.

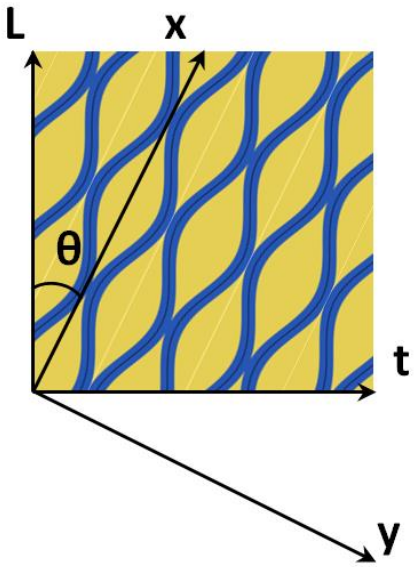


Figure 4.5 – Orientation des macrofibrilles de la paroi S2 dans le repère des trachéides.

Seule la paroi S2 est modélisée car elle est prépondérante en termes de proportion volumique et de propriétés. Dans cette couche pariétale, les macrofibrilles sont orientées d'un angle θ par rapport à la direction **L** (angle des microfibrilles). Le passage de l'échelle des macrofibrilles à l'échelle de la paroi S2 nécessite donc un changement de base. La matrice de passage de la base (0, **x**, **y**) à la base (0, **L**, **t**) est $\bar{\bar{R}}$, matrice de rotation dans le plan, et définie par :

$$\bar{\bar{R}} = \begin{bmatrix} \cos\theta & -\sin\theta \\ \sin\theta & \cos\theta \end{bmatrix} \quad (4.30)$$

Ainsi, le tenseur des déformations dans le repère (0, **L**, **t**) s'exprime par :

$$\bar{\bar{\varepsilon}}_{(0,L,t)} = \bar{\bar{R}} \,.\, \bar{\bar{\varepsilon}}_{(0,x,y)} \,.\, {}^t\bar{\bar{R}} \quad (4.31)$$

D'où :

$$d\bar{\bar{\varepsilon}} = \begin{bmatrix} \cos^2\theta\, \varepsilon_{xx} + \sin^2\theta\, \varepsilon_{yy} & \sin\theta\cos\theta.\,(\varepsilon_{xx}-\varepsilon_{yy}) \\ \sin\theta\cos\theta.\,(\varepsilon_{xx}-\varepsilon_{yy}) & \sin^2\theta\, \varepsilon_{xx} + \cos^2\theta\, \varepsilon_{yy} \end{bmatrix}_{(0,L,t)} \quad (4.32)$$

3.1.4. Echelle du bois initial et du bois final

L'évaluation des déformations induites au niveau des macrofibrilles sur les déformations à l'échelle des tissus (bois initial et bois final) a pour objectifs :

(i) d'évaluer et comparer les effets des types d'eau B et C sur les déformations macroscopiques.

(ii) de voir si les différences de comportement hygromécanique du bois initial et du bois final pourraient être issues des différences entre les isothermes de sorption de l'eau B et de l'eau C.

Pour une modélisation complète, le passage des déformations de la paroi S2 à l'échelle des tissus nécessiterait de prendre en compte l'ensemble de la structure pariétale (lamelle mitoyenne, paroi primaire, couches S1 et S3), ainsi que l'échelle cellulaire où des paramètres tels que la géométrie des cellules, les rayons ligneux ou l'interaction entre cellules voisines intervient. Un passage simplifié à l'échelle des tissus est proposé ici dans le but de pouvoir comparer les déformations modélisées aux déformations macroscopiques du bois initial et du bois final mesurées expérimentalement. La relation entre les déformations et la densité du matériau est tout d'abord déterminée, puis les déformations sont exprimées à l'échelle des tissus.

Effet de la densité des tissus

A l'échelle du cerne, le bois est un matériau poreux de densité apparente à l'état sec ρ_{app} (≈ 0,2-1,0 g.cm^{-3} selon la position dans le cerne pour un bois résineux). Sa phase solide est la paroi cellulaire, alors vue comme un matériau homogène de densité ρ_S (≈ 1,52 g.cm^{-3}). Le coefficient μ est introduit afin de relier la variation de volume de l'échantillon δV au volume d'eau adsorbée dans la paroi δV_{eau} (voir Chapitre 2 : μ correspond à la pente de la Figure 2.32) :

$$\delta V = \mu \delta V_{eau} \tag{4.33}$$

En introduisant la teneur en eau w_{eau} et la densité de l'eau adsorbée ρ_{eau}, la densité apparente ρ_{app} du bois à l'état sec apparaît, et l'expression reliant les déformations volumiques à la teneur en eau s'écrit alors :

$$\frac{\delta V}{V_0} = \mu \frac{\rho_{app}}{\rho_{eau}} \delta w_{eau} \tag{4.34}$$

Cette expression permet de différencier le bois initial et le bois final qui n'ont pas la même densité et donc pas la même concentration en eau à une humidité relative donnée (Chapitre 2, Figure 2.31). De plus, contrairement à un matériau poreux à phase solide homogène et isotrope, les déformations hygromécaniques du bois dépendent de sa densité apparente du fait de la structure hétérogène de sa paroi cellulaire qui limite les déformations du lumen (voir Chapitre 1).

Passage de l'échelle de la paroi à l'échelle des tissus

Le passage à l'échelle macroscopique sans modéliser les échelles intermédiaires est donc réalisé à travers cette relation de proportionnalité qui prend en compte toutes les interactions mécaniques aux échelles pariétales et cellulaires. Ainsi, les coefficients de proportionnalité β_B et β_C, définis à partir des équations (4.13) et (4.24) peuvent s'exprimer par analogie à l'échelle macroscopique par :

$$\beta_B = \mu_B \frac{\rho_{app}}{\rho_B} \text{ et } \beta_C = \mu_C \frac{\rho_{app}}{\rho_C} \tag{4.35}$$

En première approximation, le gonflement induit par une molécule d'eau, ainsi que la densité de l'eau au sein de la paroi cellulaire sont considérés identiques pour les deux types d'eau B et C : $\mu_B = \mu_C$

= μ et $\rho_B = \rho_C = \rho_{eau}$. Le choix de ces égalités sera discuté dans le paragraphe suivant. Ainsi, les expressions des déformations macroscopiques dans les directions **L** et **t** deviennent :

$$d\varepsilon_{LL} = \mu\frac{\rho_{app}}{\rho_{eau}}\left(\frac{e_0\sin^2\theta}{a_0+e_0}\right)dw_B + \mu\frac{\rho_{app}}{\rho_{eau}}\left(-2\pi^2\frac{{a_0}^2}{{p_0}^2}\cos^2\theta+\frac{a_0\sin^2\theta}{a_0+e_0}\right)dw_C \quad (4.36)$$

$$d\varepsilon_{tt} = \mu\frac{\rho_{app}}{\rho_{eau}}\left(\frac{e_0\cos^2\theta}{a_0+e_0}\right)dw_B + \mu\frac{\rho_{app}}{\rho_{eau}}\left(-2\pi^2\frac{{a_0}^2}{{p_0}^2}\sin^2\theta+\frac{a_0\cos^2\theta}{a_0+e_0}\right)dw_C \quad (4.37)$$

3.2. Résultats et discussion

3.2.1. Paramètres du modèle

Paramètres du modèle

Les paramètres d'entrée du modèle sont donnés dans le Tableau 4.1. Les densités apparentes et le paramètre μ sont tirés des mesures macroscopiques réalisées dans le Chapitre 2, avec μ correspondant à la pente de la Figure 2.32. Dans cette application numérique, le même paramètre μ est utilisé pour l'eau B et l'eau C, et la densité de ces deux types d'eau est 1 $g.cm^{-3}$. Un autre choix possible aurait été de prendre μ = 1 (« une molécule d'eau induit une variation de volume de l'échantillon égale à son propre volume ») et une densité de l'eau supérieure à 1 du fait de son état adsorbé [38] [123].

Les paramètres géométriques a_0 et e_0 sont issus des ordres de grandeur donnés par la littérature. Le choix du paramètre p_0 est ensuite effectué de manière à ce que le modèle soit proche des données expérimentales (calibration qualitative). Cependant, pour le bois final, la valeur de p_0 la plus adaptée serait 20 mais le terme $2\pi^2a_0^2/p_0^2$, alors égal à 0,3, ne serait alors plus négligeable devant 1. Une valeur identique à celle du bois initial est donc considérée dans un premier temps (p_0=50) et l'effet de p_0 sera discuté par la suite.

Les angles de microfibrilles utilisés sont ceux mesurés dans le Chapitre 2 par diffraction des rayons X. On considèrera ici que l'AMF mesuré est celui de la paroi S2, bien qu'il soit en fait une valeur moyenne sur toute la paroi cellulaire.

Enfin, les teneurs en eau w_B et w_c sont aussi nécessaires pour appliquer ce modèle. Les mesures de ^{1}H RMN (Chapitre 3) fournissent les évolutions de ces teneurs en eau dans le domaine hygroscopique.

Tableau 4.1 – Paramètres d'entrée du modèle.

	ρ_{app} ($g.cm^{-3}$)	μ_B, μ_C (-)	ρ_B, ρ_C ($g.cm^{-3}$)	β_B, β_C (-)	a_0 (nm)	p_0 (nm)	e_0 (nm)	$2\pi^2a_0^2/p_0^2$ (-)	θ (°)
Bois initial	0,29	0,8	1	0,23	2,5	50	25	0,05	28,3
Bois final	0,74	0,8	1	0,59	2,5	50	25	0,05	20,9

3.2.2. Confrontation modèle – expérience

Les déformations calculées avec le modèle sont maintenant comparées à celles mesurées expérimentalement avec un comparateur (Chapitre 2). Etant donné que la technique de ^{1}H RMN fournit les teneurs en eau w_B et w_c moyennées sur les trois échantillons appariés, les déformations expérimentales utilisées dans cette partie correspondent à la moyenne des déformations sur ces trois échantillons.

Déformations longitudinales

L'évolution des déformations longitudinales mesurées et modélisées en fonction de la teneur en eau sont représentées dans la Figure 4.6. Dans le cas du bois initial, leur évolution avec la teneur en eau est proche, en prenant un rapport d'aspect de la lentille $a_0/p_0 = 0{,}05$. La différence moyenne entre les deux jeux de données sur tout le domaine hygroscopique est de 0,06%. La saturation des déformations aux hautes teneurs en eau révélée par les mesures macroscopiques apparaît aussi dans les résultats de la modélisation. Dans le cas du modèle, ce phénomène peut provenir (i) des effets de la structure lenticulaire et (ii) de la saturation de la teneur en eau B aux hautes humidités relatives (résultat du Chapitre 3).

Dans le cas du bois final, pour obtenir des déformations du bon ordre de grandeur, l'effet de la structure lenticulaire devrait être augmenté en mettant un ratio a_0/p_0 de 0,125. Cependant, comme discuté précédemment, l'hypothèse $2\pi^2 a_0^2/p_0^2 \ll 1$ ne serait plus respectée. Par conséquent, le ratio sélectionné est le même que celui du bois initial, soit 0,05. Les déformations longitudinales expérimentales et modélisées sont beaucoup moins bien corrélées que pour le bois initial (Figure 4.6). Malgré la précision de la mesure expérimentale peu adaptée à l'amplitude des déformations, le modèle donne des déformations longitudinales trop élevées, du même ordre de grandeur que celles du bois initial. Une valeur plus faible de p_0 permettrait de se rapprocher fortement des données expérimentales. L'effet du choix de p_0 sera discuté plus loin (§ 3.2.3.).

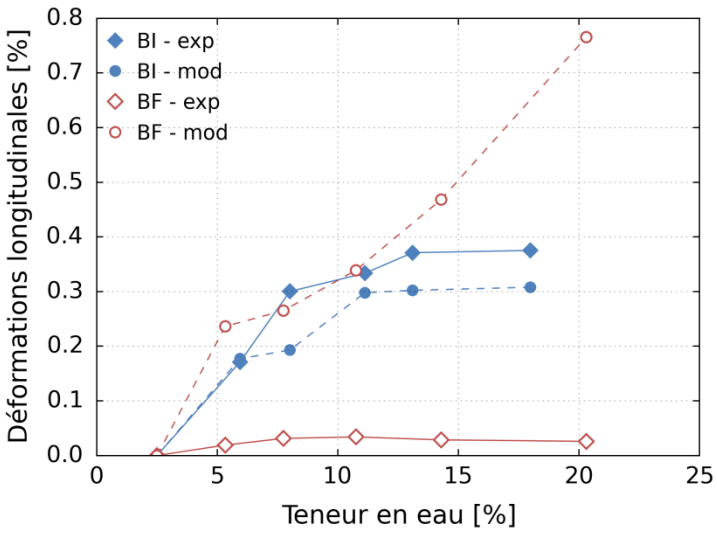


Figure 4.6 – Evolution des déformations longitudinales avec la teneur en eau. Comparaison des déformations mesurées (exp) et modélisées (mod).

Déformations transversales

La comparaison des déformations transversales obtenues avec les deux méthodes est également effectuée (Figure 4.7). Tout d'abord, les amplitudes des déformations transversales modélisées sont proches de celles mesurées expérimentalement que ce soit pour le bois initial ou le bois final. Il faut rappeler ici que le modèle ne permet pas actuellement de distinguer les directions R et T et que l'effet de la structure cellulaire devrait jouer sur le comportement dans le plan transverse comme expliqué dans le Chapitre 1 (voir § 4.2.2.).

Par ailleurs, pour le bois final, les deux méthodes mettent en évidence, en première approximation, une évolution linéaire entre les déformations transversales et la teneur en eau. Pour le bois initial, le modèle prédit une légère saturation des déformations transversales aux hautes teneurs en eau qui

semble provenir de la saturation de la teneur en eau B. Cette saturation pourrait être cohérente avec la forme convexe de la relation déformations radiales – teneur en eau observée dans le Chapitre 2 et dans la littérature [44].

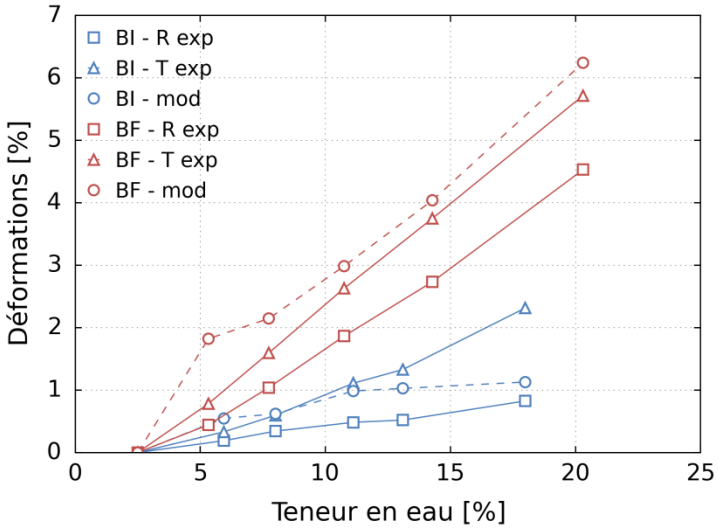


Figure 4.7 – Evolution des déformations transversales avec la teneur en eau. Comparaison des déformations mesurées (exp) et modélisées (mod).

3.2.3. Saturation des déformations longitudinales du bois initial

Les effets de la structure lenticulaire des macrofibrilles et de la saturation de l'isotherme de sorption de l'eau B sur la non-linéarité de la relation déformations longitudinales-teneur en eau du bois initial sont maintenant analysés.

D'une part, sous l'effet de l'adsorption de l'eau C, un retrait est induit dans la direction axiale des macrofibrilles **x** causé par la structure de géométrie lenticulaire. Ces déformations évoluent de manière non-linéaire avec le ratio a_0/p_0 comme l'illustre la Figure 4.8 où les déformations axiales ε_{xx} sont calculées pour plusieurs ratios a_0/p_0 pour dw_C = 1%. Plus ce ratio est élevé, plus la forme lenticulaire est prononcée et plus le retrait axial est important.

Dans le repère (0,**L**,**t**), sous adsorption d'eau C, un retrait longitudinal est encore présent, mais en parallèle, l'adsorption d'eau B dans les zones lamellaires entraine aussi un gonflement longitudinal. La coexistence de ces deux effets pourrait être à l'origine d'une saturation aux hautes teneurs en eau voire d'un léger retrait comme observé dans le Chapitre 2 et dans la littérature. A noter que l'amplitude des déformations devrait être plus élevée au sein de la paroi car l'expression du coefficient β prend en compte la restriction du gonflement par la structure multicouche de la paroi.

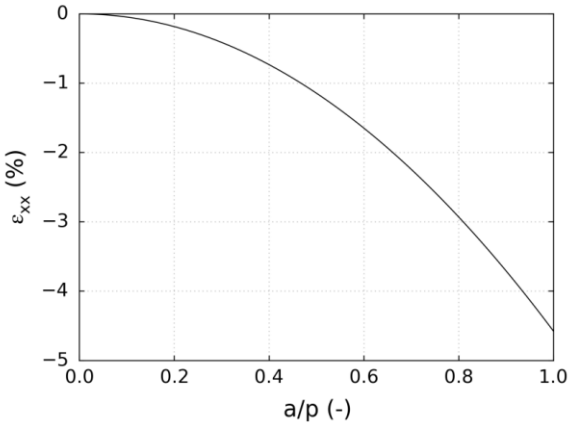


Figure 4.8 – Influence du ratio a/p sur les déformations axiales pour une variation de teneur en eau C = 1%.

D'autre part, les mesures de ^{1}H RMN ont montré que l'isotherme de sorption de l'eau de type B sature aux hautes humidités relatives dans le cas du bois initial, ce qui pourrait être un autre argument pour expliquer la saturation des déformations longitudinales du bois initial.

Pour évaluer la part de chacun de ces effets, des paramètres d'entrée du modèle sont modifiés :

- La valeur de p_0 est modifiée de manière à accentuer l'effet lenticulaire ($p_0 = 20$) ou à le supprimer ($p_0 \rightarrow +\infty$).
- L'isotherme de sorption de l'eau B déterminée par le modèle de Dent (Chapitre 3) est prise en entrée du modèle pour enlever la saturation aux hautes humidités relatives.

Les courbes résultantes de la modification de ces paramètres sont présentées dans la Figure 4.9 (bois initial) et la Figure 4.10 (bois final). La suppression de la structure lenticulaire ($p_0 \rightarrow +\infty$) entraine une légère perte de la saturation des déformations longitudinales aux hautes teneurs en eau pour le bois initial. Cet effet est cependant moins prononcé que celui provoqué par la modification de l'isotherme de sorption qui cause une forte diminution de la saturation.

Bien que l'effet de la saturation de l'isotherme de sorption de l'eau de type B semble prépondérant, l'effet de la structure lenticulaire est quand même très présent. En effet, en accentuant la forme lenticulaire ($p_0 = 20$), un effet de saturation et de retrait longitudinal est observé aux hautes teneurs en eau pour le bois initial. Pour le bois final, l'effet lenticulaire réduit fortement l'amplitude des déformations longitudinales et induit une évolution irrégulière des déformations longitudinales avec la teneur en eau, avec la présence de phases de retrait en cours d'humidification. Ce comportement est cohérent par rapport aux observations de la littérature qui reportent des déformations négatives pour des bois à faible AMF [60] et une relation déformations longitudinales-teneur en eau complexe [61] [54].

Ainsi, cette analyse met en évidence une compétition entre l'effet de la forme des isothermes de sorption des deux types d'eau liée et l'effet la structure lenticulaire. Cependant, pour que l'effet de la structure lenticulaire soit significatif, le rapport a_0/p_0 doit être faible. L'hypothèse du modèle $(\pi a_0/p_0)^2 << 1$ est alors moins acceptable. Un modèle plus complexe évitant cette hypothèse pourrait permettre de prendre en compte une forme lenticulaire plus prononcée et de mieux modéliser les déformations longitudinales du bois final.

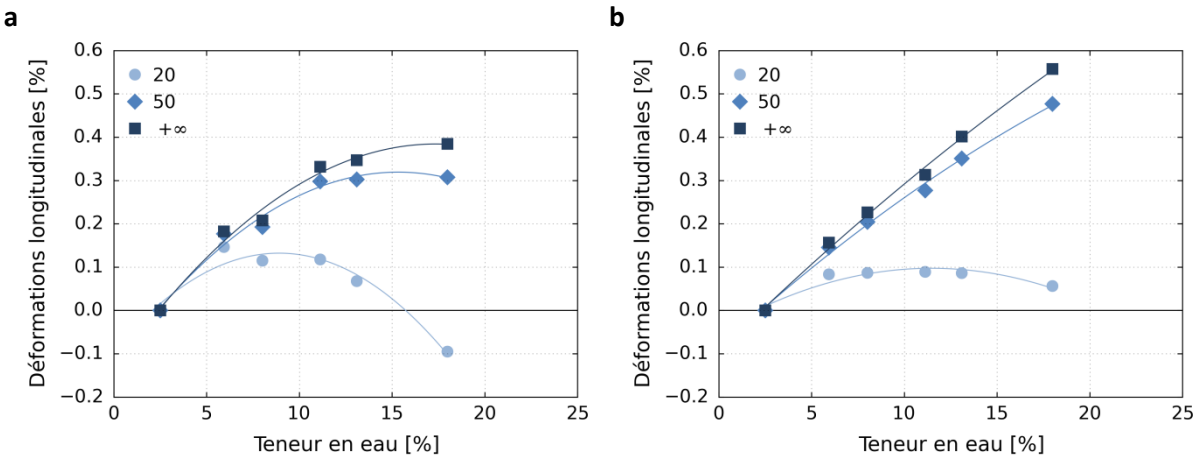


Figure 4.9 – Influence du paramètre p_0 sur la relation entre les déformations longitudinales et la teneur en eau dans le bois initial. (a) Teneurs en eau expérimentales. (b) Teneurs en eau calculées par le modèle de Dent.

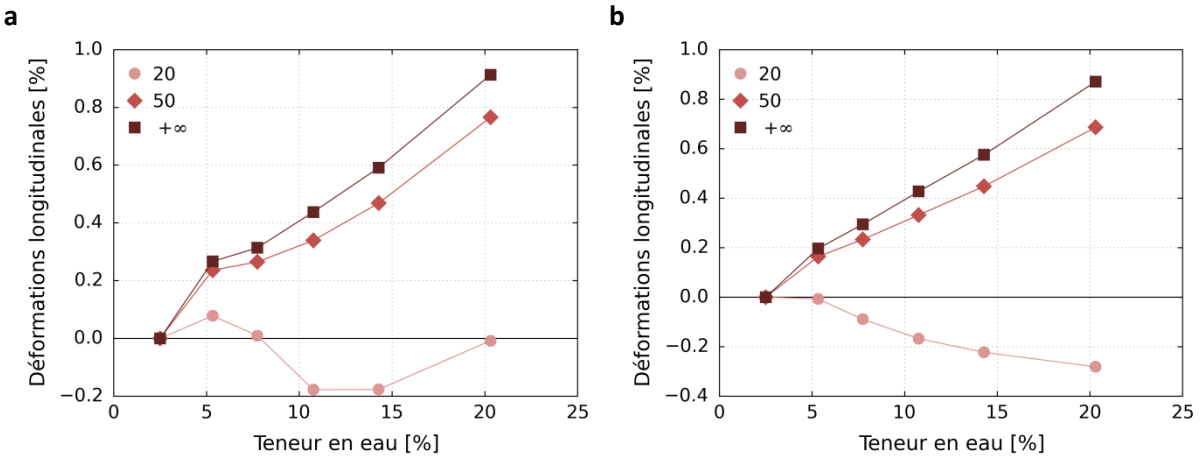


Figure 4.10 – Influence du paramètre p_0 sur la relation entre les déformations longitudinales et la teneur en eau dans le bois final. (a) Teneurs en eau expérimentales. (b) Teneurs en eau calculées par le modèle de Dent.

3.2.4. Influence de l'angle des microfibrilles

L'effet de l'angle des microfibrilles θ sur les déformations dans le repère (0, **L**, **t**) est illustré dans la Figure 4.11. A partir d'un AMF d'environ 15°, les déformations longitudinales augmentent fortement avec l'AMF tandis que les déformations transversales diminuent. Cet effet est directement issu de la projection de la matrice des déformations dans le repère de la paroi cellulaire et rappelle les résultats du modèle de Barber et Meylan (1964) [56] (Figure 1.21). Cependant, les résultats concernant les déformations longitudinales diffèrent de leur modèle. En effet, des déformations longitudinales négatives sont observées pour des AFM<15°, ce qui est en cohérence avec les mesures expérimentales effectuées sur le bois final.

A noter que la présence de la composante de cisaillement est importante. Néanmoins, celle-ci devrait s'annuler si les effets de structure à l'échelle cellulaire sont pris en compte. En effet, l'orientation hélicoïdale des microfibrilles de cellulose étant similaire dans toutes les cellules, l'opposition de l'AMF dans les parois de deux cellules adjacentes devrait restreindre fortement cet effet de cisaillement [56].

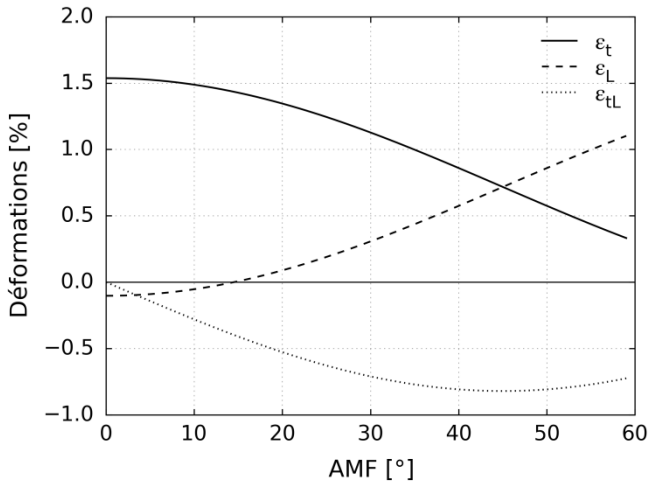


Figure 4.11 – Déformations hygromécaniques de la paroi cellulaire S2 dans le repère des trachéides.

3.2.5. Regard sur les hypothèses et limites du modèle

Ce modèle simplifié a été initialement construit pour comprendre les effets spécifiques que pourraient avoir les deux types d'eau détectés par ^{1}H RMN sur le comportement hygromécanique du bois et l'influence de leur localisation dans la structure lenticulaire. Des améliorations pourront être apportées pour affiner la prévision obtenue et mieux comprendre les mécanismes de déformations et les relations déformations-teneur en eau. Les limites du modèle concernent principalement les hypothèses utilisées et le passage de l'échelle des macrofibrilles à l'échelle des tissus.

Ce modèle considère un problème en deux dimensions. La comparaison entre les déformations transversales modélisées et les déformations radiales et tangentielles mesurées est donc difficile. En effet, la structure du bois à l'échelle des macrofibrilles n'est pas similaire dans les directions radiale et tangentielle et la prise en compte de l'échelle cellulaire est primordiale pour modéliser le comportement hygromécanique dans le plan transverse.

Par ailleurs, les données expérimentales disponibles sur les déformations ont été obtenues sur des échantillons de bois initial et de bois final, échelle bien supérieure à celle des macrofibrilles. Une modélisation plus complète devrait donc prendre en compte toutes les échelles intermédiaires, en particulier l'échelle pariétale et l'échelle cellulaire. La première consisterait à modéliser la paroi cellulaire sous la forme d'un matériau composite multicouche où chaque couche aurait une orientation différente des macrofibrilles. Bien que la paroi S2 soit prépondérante, les autres parois doivent aussi jouer un rôle dans le comportement hygromécanique du bois, notamment les parois S1 et S3 qui limitent la déformation du lumen [57] [75]. Quant à la modélisation à l'échelle cellulaire, elle permettrait de prendre en compte la géométrie des cellules et les interactions entre cellules voisines à l'origine par exemple de la restriction du cisaillement [56].

Enfin, pour que l'effet de la structure lenticulaire puisse être plus prononcé, le modèle devrait être complexifié pour éviter d'utiliser l'hypothèse $(\pi a_0/p_0)^2 << 1$.

4. Conclusion

Une hypothèse sur la localisation des deux types d'eau liée détectées par ^{1}H RMN dans la structure du bois a été proposée. Ce travail s'est appuyé sur des idées de la littérature qui suggèrent la présence de deux types d'eau liée dans le bois qui auraient un impact sur le comportement hygromécanique, ainsi que sur les connaissances actuelles de la structure du bois aux échelles subpariétales. Il est ainsi supposé que les deux types d'eau se distinguent à l'échelle des macrofibrilles. L'eau fortement liée (eau de type B) serait localisée dans les zones lamellaires tandis que l'eau faiblement liée (eau de type C) serait située dans les zones lenticulaires.

Dans l'idée de mieux comprendre les mécanismes de déformations hygromécaniques et de comparer les comportements hygromécaniques du bois initial et du bois final, un modèle 2D a été développé pour décrire le comportement de la structure ondulée des macrofibrilles lors de l'adsorption des deux types d'eau liée. Les déformations obtenues par le modèle et l'expérience ont ensuite été confrontées. Ce modèle montre que la structure ondulée des macrofibrilles peut jouer un rôle sur les déformations longitudinales : l'adsorption d'eau C, située dans les zones lenticulaires, induit un retrait dans cette direction aux hautes teneurs en eau. Plus la structure lenticulaire est prononcée, plus l'effet est important. De plus, la saturation de l'isotherme de sorption aux hautes humidités relatives de l'eau de type B pour le bois initial, déterminée par l'expérience de ^{1}H RMN, est aussi à l'origine de la saturation des déformations longitudinales du bois initial.

Le modèle fait apparaître pour les tissus une dépendance du comportement hygromécanique à la densité et à l'angle des microfibrilles. Dans la Partie III de ce mémoire (chapitres 5 à 8), il sera discuté plus précisément de la pertinence de la relation entre les déformations et la densité à l'échelle locale ainsi que sur les interactions à l'échelle du cerne. La dépendance avec l'angle des microfibrilles ne sera pas discutée.

Le Chapitre 5 présentera les techniques utilisées pour cette étude (microtomographie aux rayons X et corrélation d'images volumiques) et les protocoles de mesure. Les aspects méthodologiques, en particulier pour la corrélation d'images volumiques, ne sont pas indispensables à la compréhension des chapitres suivants. Les Chapitres 6 et 7 exposeront les résultats expérimentaux et leurs interprétations. Enfin, un modèle numérique sera proposé dans le Chapitre 8 pour discuter des résultats.

PARTIE III – Analyse locale du comportement hygromécanique intra-cerne par microtomographie aux rayons X et corrélation d’images volumiques

Chapitre 5 - Analyse d'essais hygromécaniques du bois sous microtomographie aux rayons X par corrélation d'images volumiques. Démarche et méthode.

1. Introduction

Les mesures macroscopiques ont révélé une différence des comportements hygromécaniques du bois initial et du bois final. L'étude de leur comportement de sorption d'eau par ^{1}H RMN a permis de mettre en évidence une influence des mécanismes de sorption et de la structure pariétale sur l'anisotropie longitudinale-transversale et sur la non-linéarité des déformations avec la teneur en eau, en particulier de la composante longitudinale.

Pour approfondir l'étude des mécanismes de déformation du bois initial et du bois final et comprendre les relations entre leur microstructure et leur comportement hygromécanique, une analyse expérimentale plus locale est proposée. La démarche consiste à mesurer et analyser les champs de déformations hygromécaniques du bois à différentes échelles. Pour effectuer cette analyse, les moyens expérimentaux utilisés sont la microtomographie aux rayons X (µTRX), qui permet d'acquérir des images 3D de la structure du bois dans différents états de déformation, et la corrélation d'images volumiques (en anglais, *Digital Volume Correlation* DVC [124]), qui permet, à partir des images de µTRX, de mesurer les champs de déplacement. Un post-traitement de ces données permet par la suite de déterminer les déformations à différentes échelles.

Ainsi, l'objectif de ce chapitre est de mettre en place une démarche expérimentale permettant de réaliser une étude locale du comportement hygromécanique du bois avec la µTRX et la DVC. Compte tenu du peu de travaux appliquant la technique de la DVC à des images de µTRX de bois, en particulier à l'échelle du cerne, ce chapitre vise aussi à mettre en évidence les enjeux de la DVC face à l'anisotropie et à l'hétérogénéité du contraste des images. L'aboutissement est alors d'établir une procédure de DVC pertinente et adaptée au matériau bois.

Les différentes étapes techniques de cette démarche sont abordées successivement : µTRX, DVC, et enfin méthode de calcul des déformations à différentes échelles. Chaque technique est introduite de manière similaire. Leur principe est tout d'abord expliqué afin de comprendre les choix expérimentaux et les résultats qui suivront. Les protocoles expérimentaux utilisés sont par la suite décrits. La partie sur la DVC inclut en complément la mise en place d'une procédure adaptée au matériau bois.

2. Microtomographie aux rayons X

Les travaux de recherche utilisant la microtomographie aux rayons X ont pu montrer le fort potentiel de cette technique pour étudier le matériau bois. Elle permet en effet de mener des analyses depuis les échelles microscopiques jusqu'aux échelles macroscopiques du bois et sur des sujets de recherche très différents. La µTRX a ainsi été utilisée dans l'objectif d'étudier la microstructure 3D du bois, mais aussi ses comportements mécanique [125] [126] et hygromécanique grâce à des essais *in-situ* [33] [65].

2.1. Principe

2.1.1. Principe général

La microtomographie aux rayons X est une technique d'imagerie tridimensionnelle qui permet de mesurer l'atténuation locale µ des rayons X dans un matériau, induite par les interactions entre le rayonnement et la matière. Lorsque l'échantillon est exposé à un faisceau de rayons X d'intensité incidente I_0, des interactions rayonnement-matière sont créées et une partie du rayonnement incident n'est pas absorbée par l'échantillon. L'atténuation locale des rayons X est régie par la loi de Beer-Lambert :

$$\frac{I}{I_0} = \exp(-\mu) \tag{5.1}$$

où I est l'intensité du faisceau atténué localement. Le coefficient d'atténuation local µ, et par conséquent le ratio I/I_0, dépendent principalement de la composition chimique locale et de la densité locale du matériau. Ils varient aussi avec l'énergie du rayonnement incident.

Le principe consiste à (i) acquérir une succession de radiographies d'un échantillon (projections) tournant autour d'un axe et (ii) reconstruire une image volumique de l'échantillon à partir de ces projections. Un tomographe est constitué d'une source de rayons X, d'un détecteur placé derrière l'échantillon et d'un axe de rotation – dans le cas où l'échantillon est mis en rotation et la source et le détecteur sont fixes (Figure 5.1).

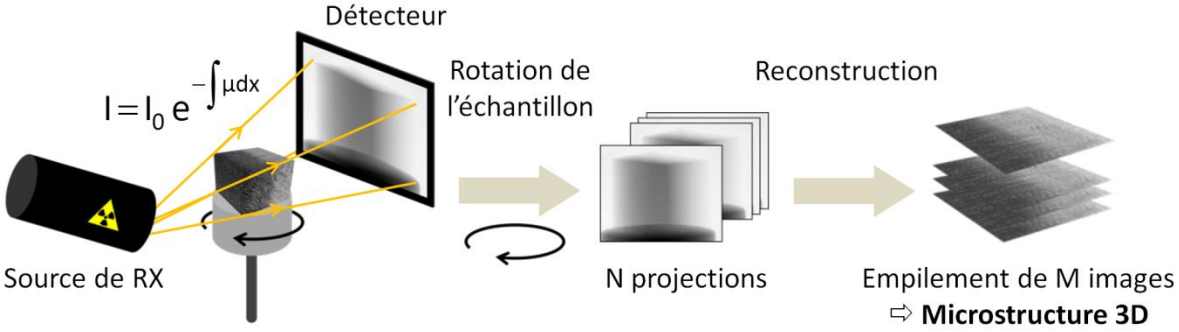


Figure 5.1 – Principe de la microtomographie aux rayons X. Cas d'un microtomographe de laboratoire.

La source de rayons X peut être un tube à rayons X qui produit un faisceau de géométrie conique – cas de la microtomographie aux rayons X de laboratoire – ou un synchrotron qui produit un faisceau

parallèle – cas de la microtomographie aux rayons X synchrotron[a]. En tout point du détecteur, l'intensité transmise du rayonnement I_d est mesurée. Le ratio I_d/I_0 est relié au coefficient d'atténuation linéique $\mu(x)$ intégré sur le trajet du rayonnement :

$$I_d = I_0 \exp\left(- \int_{\text{trajet}} \mu(x)dx \right) \tag{5.2}$$

Une calibration du détecteur, consistant à mesurer le signal en l'absence de rayons X (« image des noirs ») et en présence de rayons X mais sans échantillon (« image des blancs »), permet de relier les niveaux de gris d'une projection au ratio I_d/I_0 en chaque position du détecteur, et donc à l'intégrale $\int \mu(x)dx$ sur le trajet correspondant. La valeur calibrée du pixel à la position (i,j) du détecteur, notée $p_0(i,j)$ est déterminée par la relation suivante :

$$p_0(i,j) = \frac{p(i,j) - p_N(i,j)}{p_B(i,j) - p_N(i,j)} \tag{5.3}$$

où $p(i,j)$, $p_N(i,j)$ et $p_B(i,j)$ sont les valeurs du pixel (i,j) non calibrée, de l'image des noirs et de l'image des blancs respectivement. Une projection correspond donc à la distribution spatiale 2D de l'intégrale du coefficient d'atténuation linéique sur l'ensemble du trajet source-points du détecteur.

Dans le cas de la microtomographie aux rayons X de laboratoire, le grandissement optique G est défini à partir des distances entre la source et le détecteur (SD) et entre la source et l'objet (SO) (Figure 5.2) par l'expression suivante :

$$G = \frac{\text{taille de la projection de l'objet}}{\text{taille de l'objet réel}} = \frac{SD}{SO} \tag{5.4}$$

Ce grandissement peut donc s'ajuster en adaptant la position de l'échantillon et du détecteur par rapport à la source de rayons X du fait de la forme conique du faisceau. Il y a donc continuité du grandissement sur une plage définie par les extrémums des distances source-détecteur (SD) et source-objet (SO). Pour un faisceau parallèle, le grandissement est obtenu grâce à l'ajout d'un système optique. Il n'est donc possible d'atteindre que des valeurs discrètes de grandissement.

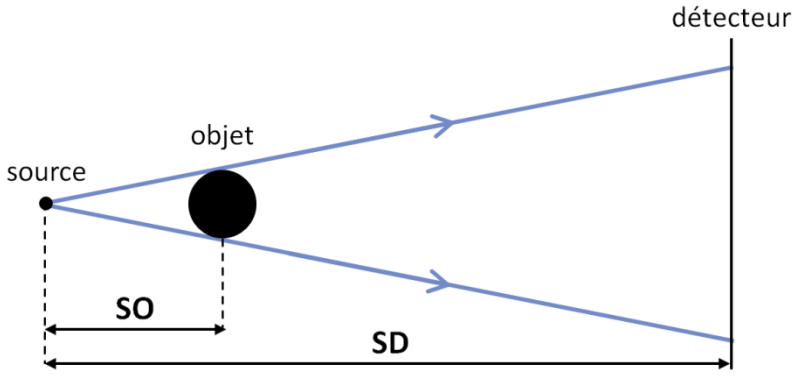


Figure 5.2 – Définition des distances source-objet et source-détecteur dans le cas de la microtomographie aux rayons X.

[a] Notons que d'autres différences entre ces deux sources de rayonnement X existent (flux, cohérence…).

2.1.2. Reconstruction

La reconstruction permet de retrouver, à partir d'un nombre suffisamment élevé de projections, les coefficients d'atténuation locaux en tout point de l'objet. Des algorithmes mathématiques permettent d'effectuer la reconstruction. Dans cette étude, un algorithme de rétroprojection filtrée adaptée pour un faisceau conique par Feldkamp et al. (1984) est utilisé. Le résultat de la reconstruction est une image volumique dont les volumes élémentaires sont appelés voxels (pixels 3D). Chaque voxel est associé à un niveau de gris qui est lié au coefficient d'atténuation local. Celui-ci reflète à la fois la densité et la composition chimique au point considéré de l'objet. Cette information physique sera utilisée par la suite pour déterminer la densité locale du bois.

2.1.3. Artefacts

Des artefacts – défauts de l'image – liés à la technologie utilisée ou au protocole expérimental peuvent apparaître [127]. Parmi les plus courants se trouve l'obtention d'images floues du fait d'un mouvement de l'échantillon pendant l'acquisition des images. Des rings, artefacts circulaires, peuvent aussi apparaître dans l'image en raison de la défaillance d'éléments du détecteur.

2.1.4. Essais *in-situ*

Des essais *in-situ* sous microtomographie aux rayons X peuvent être pratiqués car cette technique est non destructive. Ils permettent l'acquisition d'images volumiques d'échantillons au cours de leur transformation lorsqu'ils sont soumis à des sollicitations mécaniques et/ou physiques. Développé depuis une quinzaine d'années [127], ce type d'expérience a été utilisé dans le cadre de sujets de recherche très variés tels que la détection de fissures [128], l'évolution d'une microstructure à haute température [127] ou les mécanismes d'endommagement du bois au cours d'essais mécaniques [126]. Ces essais sont aussi adaptés à l'étude du comportement hygromécanique du bois comme le montrera la suite de ce travail.

Des précautions sont nécessaires pour réaliser des essais *in-situ* :

- La machine d'essai ou le dispositif doivent être adaptés à la rotation de l'échantillon pendant le scan de microtomographie.
- Les matériaux du dispositif ajoutent un obstacle aux rayons X. Pour conserver la qualité des images, l'usage de matériaux les plus transparents aux rayons X possible est nécessaire.
- Dans le cas de la microtomographie aux rayons X de laboratoire, le temps d'acquisition doit être pris en compte (durée de l'ordre de plusieurs heures). Par exemple, l'étude du régime transitoire du gonflement du bois ne peut être envisagée que si le temps d'acquisition est très inférieur à la durée du régime transitoire, car sinon les images seraient floues.

2.2. Protocole expérimental

2.2.1. Déroulement de l'expérience

Les trois échantillons de bois initial (BI1, BI2, BI3) et de bois final (BF1, BF2, BF3) de la série B sont étudiés. Notons que ce sont les mêmes échantillons utilisés pour l'expérience de ^{1}H RMN. Un

échantillon de type cerne (C1) faisant partie de cette même série est aussi analysé. Ses deux homologues sont seulement étudiés à travers des mesures macroscopiques.

Un cycle complet d'humidification-séchage est étudié par µTRX de laboratoire à partir de l'humidité relative 44%[a]. Les étapes du cycle sont les suivantes :

- Humidification (a) : 44, 65, 80, 97% HR
- Séchage (b) : 97, 80, 65, 44, 23, 2% HR
- Humidification (c) : 2, 23, 44% HR

Les scans de µTRX sont effectués à l'équilibre. Ainsi, avant d'être imagés, les échantillons sont conditionnés pendant une semaine au minimum dans un dessiccateur à 20°C et à l'humidité relative considérée, maintenue grâce à des solutions salines sursaturées (Chapitre 2). Avant chaque acquisition, deux pesées sont effectuées à un intervalle de 24h afin de vérifier que les échantillons ont atteint leur équilibre.

Une enceinte à humidité relative contrôlée adaptée au microtomographe a été conçue pour maintenir les échantillons à leur teneur en eau pendant les scans, qui peuvent être longs (Figure 5.3). Les matériaux utilisés absorbent peu les rayons X, ce qui permet de ne pas masquer le signal de l'échantillon. De plus, son diamètre de 34 mm permet d'avoir une distance source-axe de rotation faible (19 mm), adaptée à la taille de voxel souhaitée. L'étanchéité du système est assurée par un film de parafilm élastique ajouté au niveau des ouvertures servant à introduire la solution saline et l'échantillon.

Les échantillons de BI et de BF ont une forme de plaque dont la petite dimension est selon la direction radiale. Afin de réduire le temps de l'expérience, les trois échantillons appariés de BI et de BF sont scannés en même temps en les empilant sur un support en polymère (polyméthacrylate de méthyle (PMMA)). La direction radiale des échantillons est orientée dans la direction de l'axe de rotation du microtomographe pour permettre cet empilement (Figure 5.3a). Au total, pour chaque étape du cycle humidification-séchage, trois scans de µTRX sont effectués : un scan des échantillons de BI groupés, un scan des échantillons de BF groupés et enfin un scan de l'échantillon C1. La disposition des échantillons pendant l'acquisition est montrée au travers de coupes 2D d'images de µTRX reconstruites (Figure 5.4).

Enfin, la masse et les dimensions des échantillons sont mesurées avant les scans de µTRX (protocole donné dans le Chapitre 2) afin de connaître leur teneur en eau et leurs déformations dimensions à chaque étape du cycle. Le début du scan démarre au minimum 1h après la mise en place des échantillons dans le dispositif de maintien d'humidité pour assurer l'équilibre des échantillons. Enfin, une fois le scan terminé, les échantillons sont de nouveau pesés pour évaluer leur évolution éventuelle. Une variation de teneur en eau moyenne entre le début et la fin du scan de 0,3% a été obtenue, montrant la capacité du dispositif à maintenir l'humidité relative.

[a] Ce cycle débute à 44 % HR car les essais par microtomographie aux rayons X n'ont pas été commencés en même temps que les essais réalisés par ^{1}H RMN (décalage du programme expérimental).

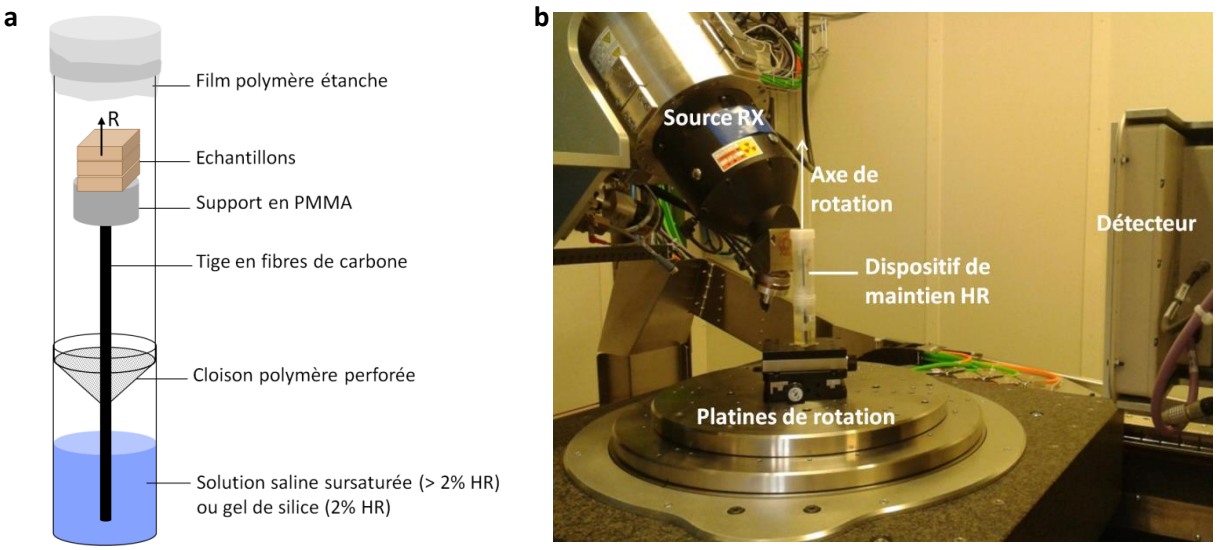
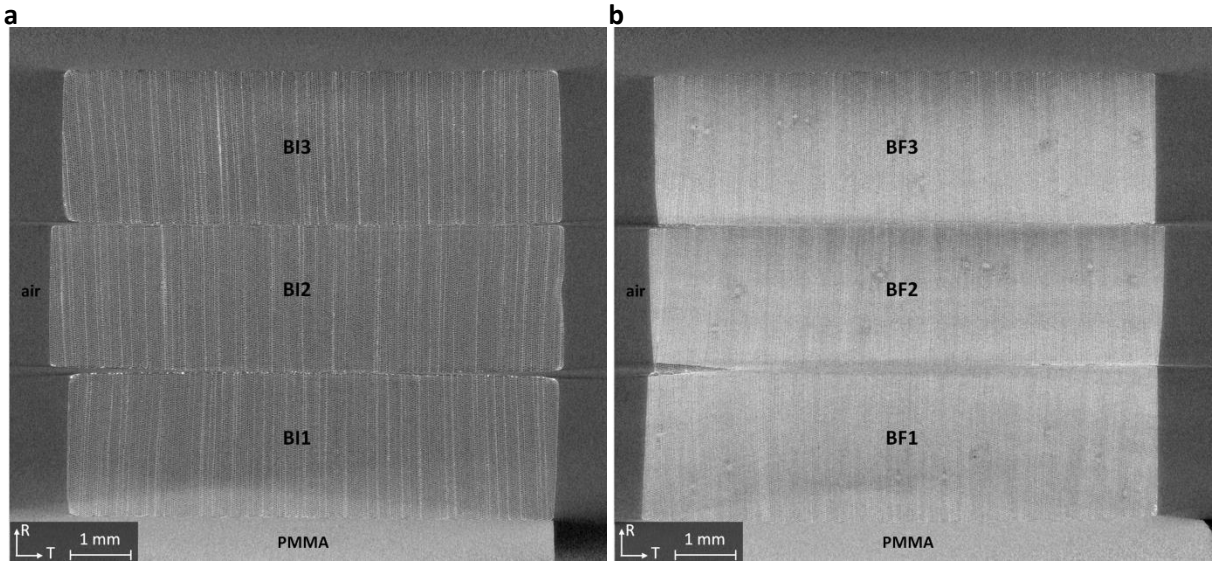


Figure 5.3 – (a) Dispositif de maintien d'humidité relative adapté à la µTRX. (b) Mise en place du dispositif dans le microtomographe de laboratoire.



c

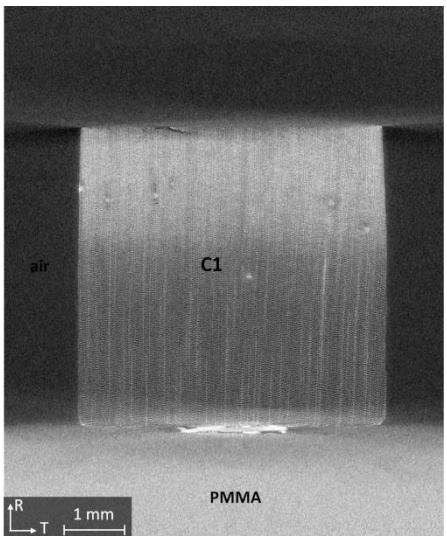


Figure 5.4 – Coupes d'images de µTRX reconstruites (taille de voxel : 8 µm) montrant la disposition des échantillons lors de l'acquisition des images. (a) Bois initial. (b) Bois final. (c) Cerne.

2.2.2. Protocole d'acquisition d'images

Les images de µTRX sont acquises avec un microtomographe de laboratoire « ULTRATOM » (RX-SOLUTIONS). Il est équipé d'un tube à rayons X micro-foyer HAMAMATSU 230 kV (faisceau conique) et d'un capteur plan matriciel PAXSCAN VARIAN 2520V, comportant 1920 x 1560 pixels de 127 µm de côté (Figure 5.3b).

L'axe de rotation est placé à une distance de 19 mm de la source et 302 mm du détecteur, menant à une taille de voxel de 8 µm, soit un grandissement de 15,87. La totalité des échantillons est comprise dans l'image de dimensions 1840 x 1840 x 1456 voxels ce qui permet une analyse globale à l'échelle du cerne. Cette taille de voxel est limitée par les dimensions des échantillons que l'on souhaite avoir totalement dans l'image. La distance source-échantillons est quant à elle limitée par le diamètre du dispositif de maintien d'humidité.

Une tension d'accélération des électrons dans le tube de 80 kV permet d'obtenir un bon contraste de l'image. L'intensité du courant est fixée à 80 µA générant une puissance de 0,4 W, qui assure une taille du spot des rayons X suffisamment petite. 1440 projections sont acquises auxquelles s'ajoutent 30 projections de référence. Chaque projection est une moyenne de 8 images acquises successivement avec un temps de pose de 2 projection/s. La durée totale d'un scan est alors de 2 h.

2.2.3. Paramètres de reconstruction

La reconstruction des images de µTRX est effectuée avec le logiciel X-act (RX-SOLUTIONS). Différents réglages peuvent être effectués lors de cette étape. Dans ce travail, ces réglages concernent l'atténuation des artefacts liés aux mouvements de la source (et parfois de l'objet) et des rings. Une optimisation des paramètres des projections est aussi effectuée en déterminant de manière précise l'abscisse dans la projection du projeté de l'axe de rotation.

Par ailleurs, les coefficients d'atténuation locaux sont calculés par l'algorithme de rétroprojection. Les valeurs scalaires obtenues sont sauvegardées sous forme d'entiers codés sur 16 bits par conversion linéaire entre deux bornes, ajustées de manière à avoir un étalement optimum des niveaux de gris.

Après la reconstruction, les images sont converties en 8 bits avec le logiciel ImageJ pour faciliter leur manipulation (taille des images réduite). Les seuils pour la conversion sont à nouveau ajustés.

Dans la perspective d'une analyse par DVC, il est choisi de reconstruire les images de manière à obtenir un empilement d'images 2D des plans transversaux (plans RT) du bois, dans lesquels des repères visuels tels que les canaux résinifères, l'évolution radiale de la densité et les rayons ligneux permettent de se repérer plus facilement dans la structure du bois, comme le montreront les images dans le paragraphe suivant.

2.3. Analyse qualitative des images

Une analyse très qualitative des images obtenues avec ce protocole d'acquisition est proposée à travers un rendu 3D des échantillons (Figure 5.5) et des images des plans principaux du bois, RT, RL et TL (Figure 5.6).

Ces images de µTRX permettent de mettre en évidence une évolution des niveaux de gris dans le cerne, qui sont plus faibles dans la phase de bois initial que dans la phase de bois final, reflétant une différence importante de densité apparente qui existe entre les deux tissus, comme cela sera discuté dans le Chapitre 7. Dans les directions tangentielle et longitudinale, un tel gradient des niveaux de gris n'est pas observé.

Bien que la résolution soit moins élevée que celle des images de µTRX synchrotron présentées dans le Chapitre 2, des hétérogénéités de la structure du bois à l'échelle cellulaire sont aussi visibles, comme le montrent les images des plans principaux. Les différents éléments microstructuraux sont les trachéides, dont la section occupe approximativement 5 voxels, les rayons ligneux, que l'on distingue mieux dans le plan RT, et les canaux résinifères, principalement présents dans le bois final. Ces éléments permettent de donner un contraste local aux images, nécessaire pour l'analyse de corrélations d'images volumiques.

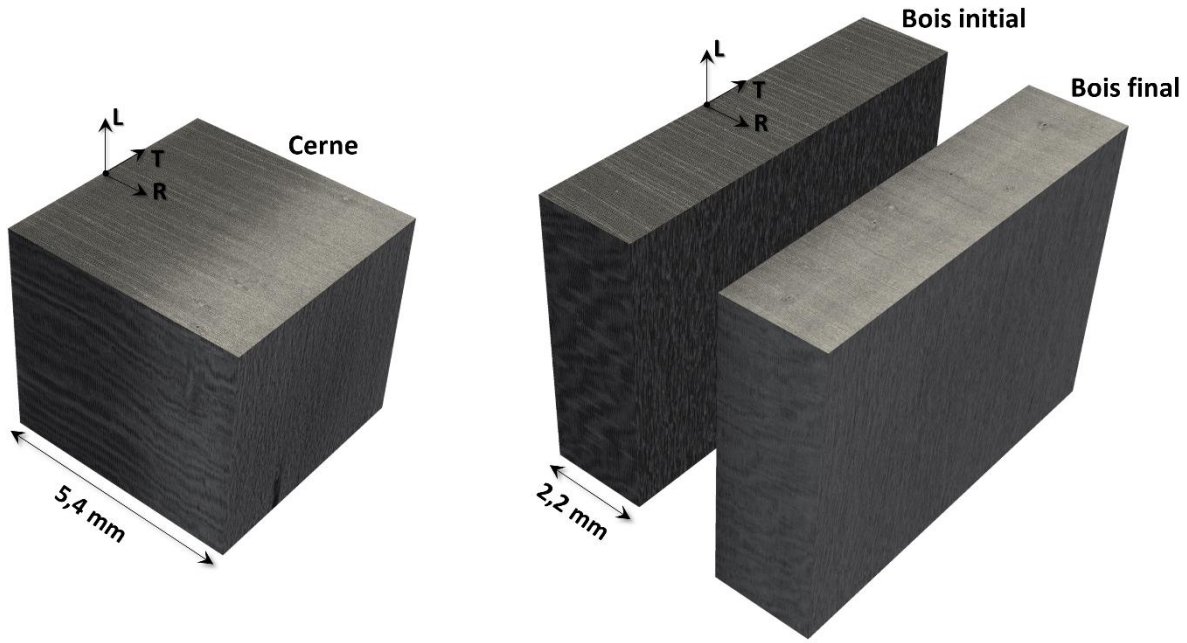


Figure 5.5 – Echantillons étudiés par microtomographie aux rayons X de laboratoire et corrélation d'images volumiques. Images de microtomographie aux rayons X de laboratoire (taille de voxel : 8 µm).

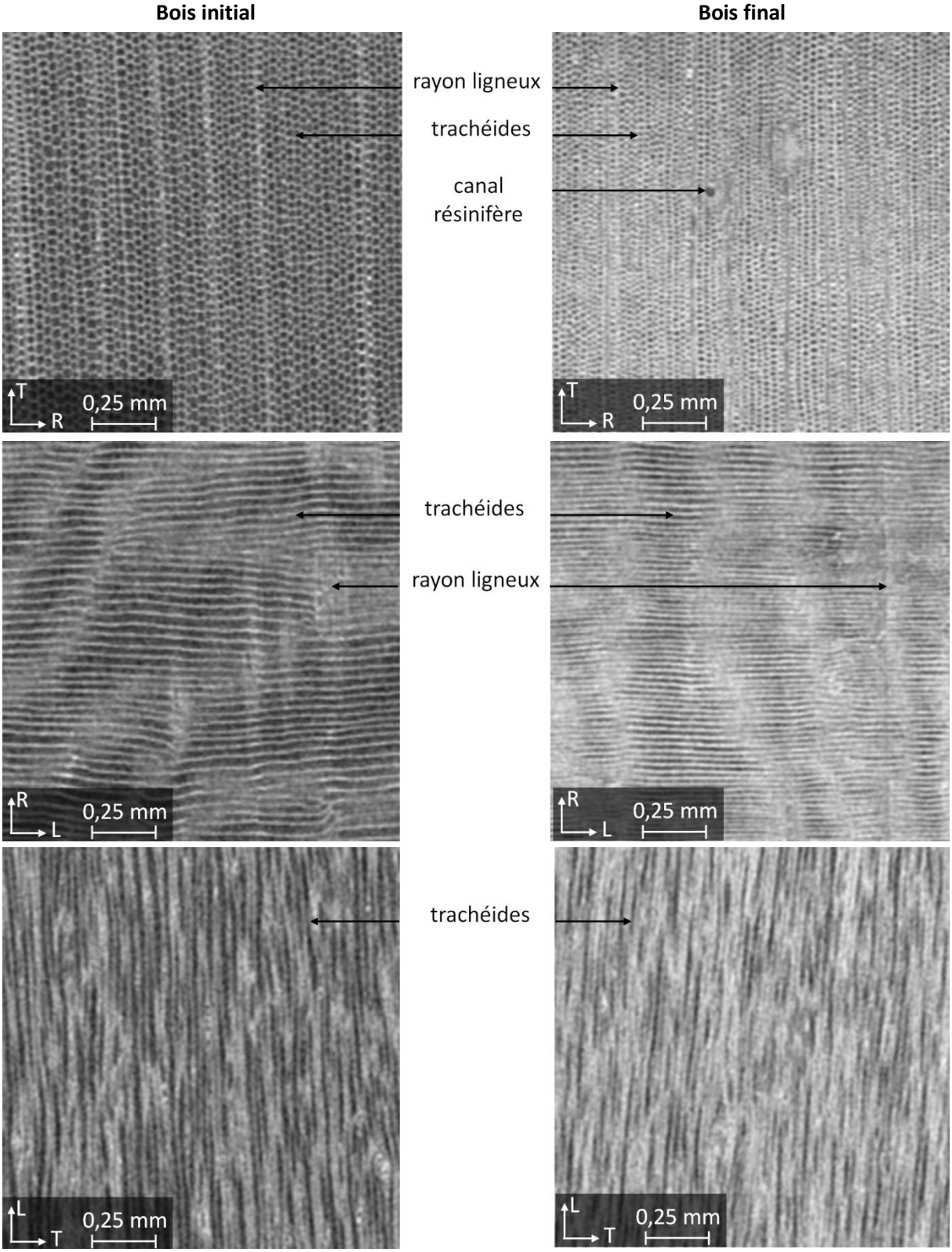


Figure 5.6 – Coupes d'images de microtomographie aux rayons X de laboratoire (taille de voxel : 8 µm) de bois initial (gauche) et de bois final (droite). Haut : Plans RT. Milieu : Plans RL. Bas : Plans TL.

3. Corrélation d'images volumiques

La corrélation d'images numériques est une méthode optique de mesure de champs de déplacement qui se base sur la mise en correspondance du contraste local de deux images. L'application de cette technique à la mécanique des matériaux et des structures a été développée dans les années 1980 [129]. Elle fait aujourd'hui partie des méthodes standards utilisées pour l'analyse expérimentale des propriétés mécaniques des matériaux et est appliquée sur toutes sortes de matériaux dont le bois fait partie [130]. Le succès de la 2D-DIC est expliqué par la simplicité de la préparation des échantillons et du dispositif expérimental, mais aussi par la diminution des coûts des outils numériques dont les performances évoluent à grande vitesse [131].

La corrélation d'images volumiques (DVC), proposée à la fin des années 1990 par Bay et al. (1999) [124], est une extension de la technique de corrélation d'images numérique qui permet de faire des mesures de champs de déplacement en volume à partir d'images volumiques acquises avec des techniques d'imagerie 3D telles que la tomographie aux rayons X, l'imagerie par résonance magnétique ou encore la microscopie confocale [129].

La technique de DVC a été utilisée pour mesurer des champs de déplacement à partir d'images de µTRX de bois ou de matériaux dérivés du bois par exemple par Forsberg et al. (2008) [132] et Tran et al. (2013) [133]. Cette méthode requiert un marquage local qui est le contraste naturel donné par la structure et la chimie du matériau. Le caractère multi-échelle du bois implique donc un marquage spécifique à chaque échelle d'observation. L'anisotropie de la structure du bois à l'échelle cellulaire est à l'origine d'une qualité de contraste des images de µTRX très inégale dans les directions principales du bois. Dans la direction longitudinale, le contraste local de l'image est très faible et peu approprié à la DVC. Forsberg [125] a utilisé la DVC à l'échelle cellulaire du bois pour analyser des essais *in-situ* de flexion dans la direction longitudinale du bois sous µTRX avec une taille de voxel de 1,75 µm. Le contraste des images à l'échelle cellulaire est très différent du contraste à l'échelle du cerne que nous étudions, et les problématiques liées à la méthode semblent donc différentes. Une étude du comportement hygromécanique du bois a aussi été réalisée par Caré et al. (2013) [80], cette fois-ci à une échelle plus macroscopique, avec une taille de voxel de 52 µm.

3.1. Principe

Le principe de la DVC est ici décrit dans le cadre d'une analyse à partir d'images acquises par microtomographie aux rayons X.

3.1.1. Principe général

Le résultat de la microtomographie aux rayons X est une image numérique 3D, qui est une représentation discrète du coefficient d'atténuation local. Chaque voxel i de position $\underline{x_i}$ est associée à une quantité scalaire appelée niveau de gris. L'image obtenue est donc une distribution spatiale discrète de niveaux de gris décrite par $f(\underline{x_i})$. Le principe de la corrélation d'images volumiques est de mettre en correspondance deux images volumiques en comparant localement leurs distributions 3D des niveaux de gris. Elle utilise donc la ressemblance locale du contraste qui existe entre les deux images.

Considérons deux états de déformation d'un matériau : l'état de référence 0 et l'état déformé h. Dans l'état de référence, en tout point $\underline{x}$ du matériau est associé un déplacement $\underline{u}(\underline{x})$ (trois composantes scalaires) causé par cette transformation. Dans l'état déformé, ce point se retrouve donc en une position $\underline{X}$ donnée par l'équation (5.5).

$$\underline{X} = \phi^{0\to h}(\underline{x}) = \underline{x} + \underline{u}(\underline{x}) \tag{5.5}$$

Pour mesurer le champ de déplacement 3D, le matériau est imagé par microtomographie aux rayons X dans ces deux configurations. L'image du matériau dans la configuration de référence est appelée image volumique de référence I_0 et est décrite par $f(\underline{x}_i)$. L'image du matériau dans la configuration déformée est appelée image volumique déformée I_h et est décrite par $g(\underline{x}_i)$. L'objectif de la corrélation d'images volumiques est de trouver la transformation $\phi^{0\to h}$ pour laquelle la ressemblance locale entre les images $f(\underline{x}_i)$ et $g(\underline{x}_i)$ est maximale. Cette ressemblance est quantifiée par une quantité scalaire appelée **coefficient de corrélation**. La conservation stricte des niveaux de gris entre les deux images s'écrit :

$$g\left[\phi^{0\to h}(\underline{x})\right] = g\left[\underline{x} + \underline{u}(\underline{x})\right] = f(\underline{x}) \tag{5.6}$$

Dans le cas d'une approche locale de la technique de corrélation d'images volumiques, un ensemble de points de position $\underline{x}_k \in I_0$ est défini dans l'image de référence (**points de corrélation**). La transformation $\phi^{0\to h}$ au point $\underline{x}_k$ est recherchée en s'appuyant sur la distribution spatiale 3D des niveaux de gris des voxels situés dans son voisinage. Celui-ci, noté D_{x_k}, est appelé **fenêtre de corrélation** et correspond à un petit sous-volume dont ses dimensions sont d_x, d_y et d_z (Figure 5.7). Concrètement, le produit de cette procédure est la position homologue du point $\underline{x}_k$ dans l'image déformée ($\underline{X}_k \in I_h$).

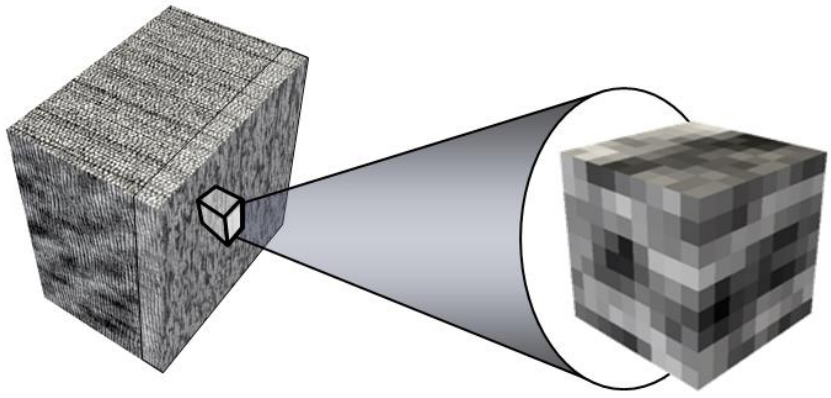


Figure 5.7 – Echantillon de bois initial et fenêtre de corrélation d'une taille de 10x10x10 voxels[3].

La technique de corrélation d'images volumiques s'appuie donc sur une information scalaire pour déterminer une transformation mécanique locale définie par plusieurs paramètres (translation + rotation + déformations). La solution est trouvée en limitant le nombre de paramètres recherchés. Cette transformation « simplifiée » est décrite par une fonction de forme généralement de type polynômiale. L'effet de « décorrélation » causé lorsque la fonction de forme est trop simple vis-à-vis de la transformation réelle est très bien illustré pour le cas d'une rotation par la Figure 5.8 [129].

La procédure utilisée dans ce travail recherche une fonction de forme de degré 0, correspondant à une translation pure (à l'échelle locale), bien que la transformation réelle soit plus complexe. Cependant, pour limiter les erreurs liées à ce phénomène, il convient de reconstruire les images selon les axes qui limitent la rotation d'ensemble entre deux images, dont la valeur maximale est estimée à environ 1°. Une analyse de l'effet de la rotation sur les incertitudes de mesure de DVC sera notamment introduite dans la suite de ce chapitre.

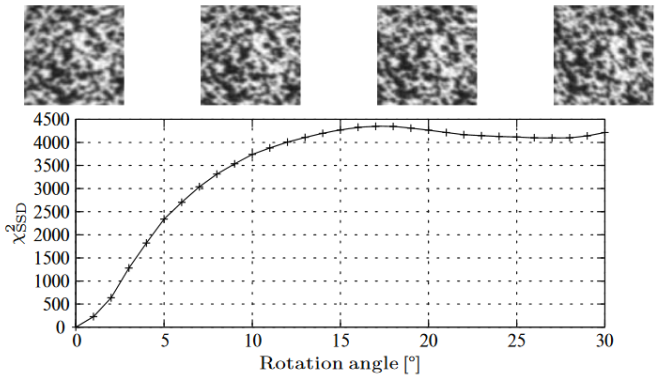


Figure 5.8 – Effet d'une rotation dans le plan sur la ressemblance entre l'image de référence et l'image déformée (ici, la ressemblance maximale est atteinte pour une valeur minimale de χ^2_{SSD}) avec une fonction de forme à l'ordre 0. Cas de la 2D-DIC [129].

3.1.2. Coefficient de corrélation

La définition simple du coefficient de corrélation repose sur l'hypothèse de conservation des niveaux de gris au cours de la transformation mécanique décrite par l'équation (5.5). La pertinence de la méthode repose donc sur le fait que les niveaux de gris sont attachés à la matière. Ceci est bien le cas pour la tomographie aux rayons X car les niveaux de gris résultent d'une propriété locale de la matière (absorption des rayons X).

Parmi les diverses expressions du coefficient de corrélation, les plus couramment utilisées sont l'écart quadratique (5.7) et le produit scalaire (5.8) entre f et $g \circ \phi^{0 \to h}$. La ressemblance est d'autant plus élevée que C_1 et C_2 sont petits et grands respectivement. Ces expressions peuvent être normalisées pour facilement apprécier la ressemblance [134], le coefficient de corrélation étant alors compris entre 0 et 1. En pratique, les coefficients de corrélation sont des sommes discrètes réalisées sur les voxels de l'image I_0 contenus dans D.

$$C_1 = \int_D \left(g\left[\phi^{0 \to h}(\underline{x})\right] - f(\underline{x}) \right)^2 \, d\underline{x} \tag{5.7}$$

$$C_2 = \int_D g\left[\phi^{0 \to h}(\underline{x})\right] . f(\underline{x}) \, d\underline{x} \tag{5.8}$$

Une hypothèse de conservation des niveaux de gris moins stricte permet de tenir compte d'une éventuelle variation de contraste[a] c et de brillance[b] b entre les deux configurations décrite par l'équation (5.9). C'est notamment le cas en tomographie ou les niveaux de gris peuvent subir une telle évolution, du fait des imperfections de calibration et des traitements numériques (en particulier de conversion vers des entiers). Dans le cas des essais hygromécaniques sur le bois, une modification de sa teneur en eau induit une évolution du matériau : l'adsorption d'eau dans la paroi cellulaire devrait ainsi induire une évolution des coefficients d'atténuations, et donc des niveaux de gris. Le principe de conservation stricte des niveaux de gris ne peut donc pas s'appliquer.

$$g'\left[\phi^{0\to h}(\underline{x})\right] = c.g\left[\phi^{0\to h}(\underline{x})\right] + b \tag{5.9}$$

Pour calculer les coefficients de corrélation C_1 et C_2 en prenant en compte cette hypothèse, il faut donc trouver les valeurs b et c pour lesquelles C_1 et C_2 est minimal et maximal respectivement. L'expression (5.10) du coefficient de corrélation permet de s'affranchir de la recherche de b et c. En effet, le produit scalaire normalisé est indépendant du contraste c. En prenant l'écart des niveaux de gris par rapport à la moyenne, la brillance b est aussi éliminée. Enfin, l'expression est construite de telle sorte qu'une ressemblance maximale corresponde à une valeur minimale de C_3, avec C_3 compris entre 0 et 2.

$$C_3 = 1 - \frac{\int_D \left(g\left[\phi^{0\to h}(\underline{x})\right] - \bar{g}\right).\left(f(\underline{x}) - \bar{f}\right)\, d\underline{x}}{\sqrt{\int_D \left(g\left[\phi^{0\to h}(\underline{x})\right] - \bar{g}\right)^2 d\underline{x}} \,.\, \sqrt{\int_D \left(f(\underline{x}) - \bar{f}\right)^2 d\underline{x}}} \tag{5.10}$$

$\bar{f}$ et $\bar{g}$ sont les niveaux de gris moyens dans le domaine D définis par :

$$\bar{f} = \frac{1}{D} \int_D f(\underline{x})\, d\underline{x} \tag{5.11}$$

$$\bar{g} = \frac{1}{D} \int_D g\left[\phi^{0\to h}(\underline{x})\right] d\underline{x} \tag{5.12}$$

3.1.3. Procédure de recherche des points

Corrélation au voxel près

Le coefficient de corrélation apprécie la ressemblance entre une fenêtre $D \in I_0$ et sa transformée dans l'image I_h. Avec une fonction d'ordre 0, l'objectif de la corrélation d'images est de trouver la translation pour laquelle la ressemblance est maximale. Dans le cas de l'expression C_3, il faut donc chercher à minimiser le coefficient de corrélation en se déplaçant spatialement dans l'image déformée (5.13).

$$\underline{X_k} = \underset{\underline{X_k} \in I_h}{\text{Argmin}}\,(C_3) \tag{5.13}$$

[a] Le contraste correspond à l'étalement de l'histogramme des niveaux de gris, c'est-à-dire à la différence entre les valeurs maximales et minimales des niveaux de gris de l'image. Une variation de contraste de l'image f(x) s'exprime alors par f'(x) = c. f(x).

[b] La brillance, ou encore luminosité, correspond à la position de l'histogramme des niveaux de gris. Une variation de brillance de l'image f(x) s'exprime alors par f'(x) = f(x) + b.

Généralement, un **domaine de recherche** limité dI_h est défini. Il permet de diminuer la probabilité de trouver un mauvais optimum du coefficient de corrélation, dû par exemple à une certaine périodicité du marquage dans l'image, mais doit être suffisamment grand pour contenir l'optimum. Cette restriction permet également de réduire le temps de calcul. L'utilisation d'un domaine de recherche restreint nécessite une connaissance *a priori* de la position du point de corrélation dans l'image déformée, notée $\underline{X'_k}$. Une méthode proposée est de définir manuellement la position *a priori* du premier point de corrélation $\underline{X'_0}$ dans l'image déformée. La position optimale $\underline{X_0}$ est alors obtenue en recherchant le minimum du coefficient de corrélation dans le domaine de recherche dI_g centré sur $\underline{X'_0}$. La position *a priori* du second point, $\underline{X'_1}$, est ensuite déterminée par rapport à $\underline{X_0}$, couramment la position relative de $\underline{x_1}$ par rapport à $\underline{x_0}$. Cette procédure est réitérée point par point en calculant les positions *a priori* à partir de la position du point le plus proche déjà apparié.

Corrélation subvoxel

La transformation mécanique d'un matériau est associée à un champ de déplacement continu que la corrélation d'images volumiques cherche à déterminer. Cette continuité s'oppose au caractère discret des images qui limite en premier lieu la précision de la méthode à l'ordre du voxel. $g(\phi(\underline{x_i}))$ est donc une valeur interpolée car $\phi(\underline{x_i})$ n'est pas centrée sur un voxel dans I_h.

Pour mesurer un déplacement de précision inférieure au voxel, la recherche de positions $\underline{X_k}$ non entières peut s'effectuer en interpolant le coefficient de corrélation ou les niveaux de gris de l'image déformée puis en recherchant le minimum du coefficient de corrélation par des procédures itératives. Lorsque l'interpolation des niveaux de gris est adoptée, une procédure de minimisation du second gradient ou du premier gradient est généralement utilisée [134]. Elle nécessite le calcul du gradient de C_3 par rapport aux composantes de translation.

3.1.4. Marquage du matériau

Le principe général de la corrélation d'images met en avant l'importance du contraste local des images qui doit être suffisamment élevé pour assurer l'existence de minimums locaux du coefficient de corrélation bien démarqués. Il faut que le marquage soit représenté par suffisamment de voxels pour décrire le contraste local. La densité du marquage déterminera aussi le nombre de points de mesure possibles. Ainsi, la résolution de l'image doit être adaptée à la taille réelle du marquage afin de trouver un compromis entre taille et densité du marquage. Enfin, un marquage aléatoire est potentiellement plus intéressant pour éviter la confusion entre les minimums.

Si le matériau étudié a un contraste insuffisant, des marqueurs doivent être ajoutés. Dans le cas de la 2D-DIC, un marquage surfacique tel qu'un mouchetis de peinture est couramment utilisé. Dans le cas des images de microtomographie aux rayons X, la problématique s'avère très différente puisque la structure interne du matériau est imagée. Le marquage doit donc être dans le volume du matériau mais ne doit pas altérer son comportement. Par conséquent, le contraste naturel du matériau – aucun ajout de marquages – est généralement utilisé. Celui-ci est donné par l'arrangement de sa structure et par la composition chimique de ses constituants. La DVC s'appuie alors sur les variations locales du coefficient d'atténuation des niveaux de gris $\mu(\underline{x})$. Cette méthode est idéale pour éviter une modification du comportement du matériau et faciliter le protocole de préparation des échantillons.

En revanche, les mesures sont limitées aux échelles où le matériau présente une hétérogénéité suffisante pour procurer un contraste local de qualité.

Dans notre cas, le contraste est principalement donné par les lumens et les parois cellulaires des trachéides, dont la taille dans l'image est d'approximativement 5 voxels respectivement, comme montré sur la Figure 5.6 présentée précédemment. Cette taille de marquage n'est pas idéale. Pour faciliter les analyses par DVC, une résolution des images un peu plus élevée aurait pu être choisie. Cependant, cette expérience s'est ajoutée à celle de RMN, présentée dans le Chapitre 3, afin de caractériser à la fois les propriétés de sorption et le comportement hygromécanique des mêmes échantillons. La résolution des images a donc été adaptée à la taille des échantillons qui avait été initialement choisie pour l'expérience de RMN. Malgré la taille de marquage limitée, des résultats pertinents ont toutefois pu être obtenus en adaptant la procédure de DVC, comme décrit dans la suite de ce chapitre.

3.1.5. Estimation des erreurs

La mesure du champ de déplacement à partir d'images de microtomographie aux rayons X et de la DVC est un enchaînement d'étapes qui contribuent chacune aux erreurs de mesure. Les facteurs qui influencent les mesures sont répertoriés dans la Figure 5.9 dans le cas des essais réalisés dans ce travail.

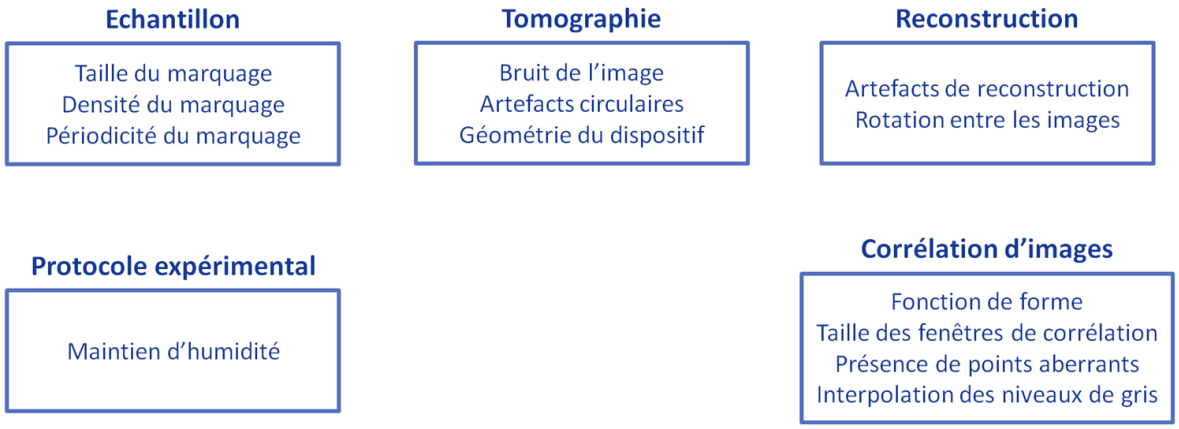


Figure 5.9 – Synthèse des sources d'erreur sur la mesure du champ de déplacement.

Les erreurs spécifiques à l'étape de corrélation d'images sont liées au bruit de l'image, à la qualité du contraste local ou encore à la taille de fenêtre de corrélation (erreurs aléatoires), mais aussi à l'interpolation des niveaux de gris lors de l'optimisation subvoxel (erreurs systématiques). S'ajoutent aussi les erreurs de fonction de forme déjà discutées précédemment. La quantification de ces erreurs peut s'effectuer à partir d'une paire d'images de l'échantillon dans un état de référence et un état déformé où la transformation est connue. En pratique, une déformation homogène connue – réelle ou virtuelle – est appliquée. Une faible rotation de l'échantillon ou une variation de grandissement de l'image (Figure 5.10) sont typiquement utilisées [128].

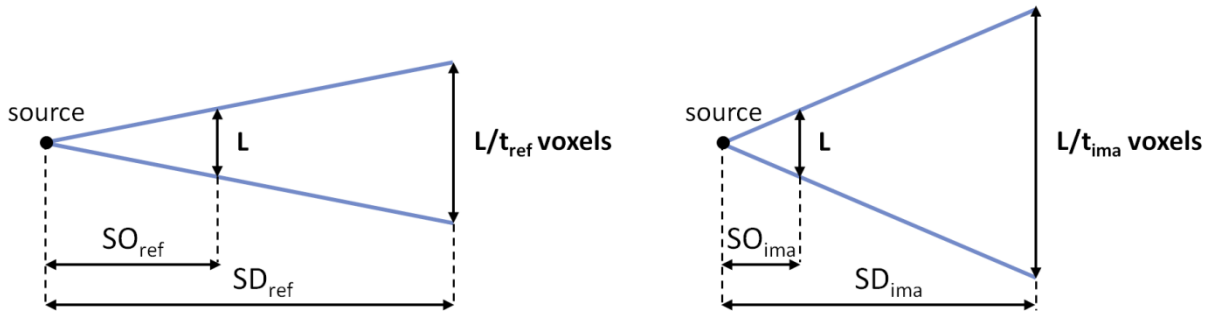


Figure 5.10 – Effet de la variation de grandissement sur la taille de l'objet dans l'image.

Dans le cas de la variation de grandissement, les tailles de voxel de l'image de référence et de l'image déformée sont t_{ref} et t_{ima}. Tout objet matériel de taille physique L mesure alors L/t_{ref} voxels dans l'image de référence et L/t_{ima} voxels dans l'image zoomée. La dilatation apparente (ratio des grandissements) entre ces deux images est donc :

$$\lambda_G = \frac{G_{ima}}{G_{ref}} = \frac{t_{ref}}{t_{ima}} \tag{5.14}$$

Celle-ci est associée à une déformation homogène apparente :

$$\underline{\underline{\varepsilon_{zoom}}} = (\lambda_G - 1)\,\underline{\underline{1}} \tag{5.15}$$

Une mesure du champ de déplacement entre ces deux états est effectuée par DVC et permet de déterminer les erreurs par une approche statistique sur l'ensemble des points de corrélation. Pour chaque point est calculé l'écart $\underline{\Delta u}$ entre le déplacement mesuré $\underline{u_{mes}}$ par corrélation d'images volumiques et le déplacement lié à la déformation homogène apparente appliquée $\underline{u_{zoom}}$ (5.16).

$$\underline{\Delta u} = \underline{u_{mes}} - \underline{u_{zoom}} \tag{5.16}$$

L'erreur systématique – décalage moyen des points – est alors définie comme la moyenne de $\underline{\Delta u}$ sur l'ensemble des points de corrélation tandis que l'erreur aléatoire $\sigma_{\underline{u}}$ – fluctuation de la position des points – est définie comme l'écart-type de $\underline{\Delta u}$. Par conséquent, un nombre de points élevé est nécessaire car l'erreur est déterminée à partir d'une étude statistique. Ces erreurs peuvent être déterminées dans plusieurs directions afin d'évaluer l'anisotropie éventuelle de l'erreur induite par l'anisotropie du marquage, ce qui est pertinent dans le cas du bois du fait de sa structure anisotrope.

L'interpolation des niveaux de gris conduit à une dépendance de l'erreur systématique à la partie fractionnaire du déplacement exprimée en voxels. La courbe de l'erreur systématique en fonction de la partie fractionnaire du déplacement a une forme en « S » (Figure 5.11). Elle reflète la dépendance de l'erreur systématique à la partie décimale du déplacement. Cette erreur est généralement plus élevée pour des déplacements proches des valeurs entières ce qui a pour effet l'apparition de bandes régulièrement espacées sur les cartes de déformations locales. Le protocole décrit précédemment permet d'évaluer cette courbe en S en calculant l'erreur moyenne $\underline{\Delta u}$ sur tous les points dont la partie fractionnaire de $\underline{u_{zoom}}$ est la même (analyse statistique). Ces courbes seront utilisées par la suite pour quantifier les erreurs des mesures de DVC effectuées dans cette étude, qui seront valables pour le matériau bois et dans le cadre de l'expérience réalisée et de la méthodologie de DVC utilisée.

Cette méthode de quantification des erreurs de DVC permet d'estimer une borne inférieure car elle est mise en place pour un cas idéal. On s'attend néanmoins à ce que ces incertitudes soient proches des erreurs réelles.

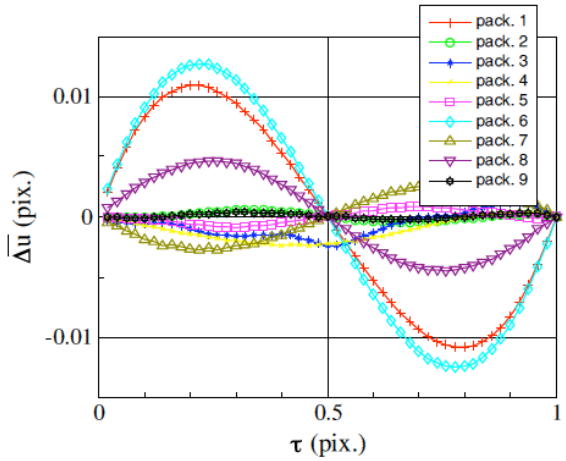


Figure 5.11 – Erreur systématique sur la mesure du déplacement en fonction de la partie fractionnaire du déplacement. Analyses de 2D-DIC effectuées avec différents logiciels [135].

3.2. Mise en place d'un protocole de DVC adapté au matériau bois

3.2.1. Critères sur le coefficient de corrélation

Une procédure classique de DVC locale consiste à quantifier localement la pertinence du positionnement d'un point en définissant une valeur seuil du coefficient de corrélation, appelée critère de corrélation (crit), définie globalement. Les points dont le coefficient de corrélation est supérieur au critère sont considérés comme non pertinents et exclus (5.17). Cela se produit par exemple lorsqu'un point de corrélation est mal positionné, ou lorsque le contraste local est de moins bonne qualité ou a évolué entre les deux images. Un repositionnement manuel de ces points peut être réalisé par l'opérateur mais s'avère très fastidieux et peut conduire à des erreurs « humaines ». Pour une procédure automatisée, ces points peuvent être extrapolés à partir des points acceptés, appelés **points supports**.

$$\begin{cases} \text{si } C(\underline{X}) < \text{crit (point accepté)} \\ \text{si } C(\underline{X}) > \text{crit (point exclu)} \end{cases} \tag{5.17}$$

Le choix du critère joue un rôle primordial dans la pertinence des mesures de DVC. S'il est trop faible, seuls quelques points sont acceptés ce qui ne permet pas de fournir une mesure locale du déplacement. Si le critère est trop élevé, des points aberrants risquent d'être pris en compte. Dans le cas des images de taille de voxel 8 µm du bois, ce choix est particulièrement délicat. En effet, le contraste de l'image évolue selon la direction radiale du fait du changement progressif de microstructure du bois initial vers le bois final comme montré sur la Figure 5.6. Un critère constant sur toute l'image n'est donc pas approprié. L'objectif est donc de mettre en place un **critère local** du coefficient de corrélation adapté au contraste local de l'image.

3.2.2. Définition d'un critère local

L'expression C_3 du coefficient de corrélation est utilisée dans ce travail. Elle peut être mise sous la forme suivante, comme démontré dans l'Annexe B :

$$C_3 = \frac{\min_{b,c} \int_D \left(f(\underline{x}) - c.g\left[\phi^{0\to h}(\underline{x})\right] - b\right)^2 d\underline{x}}{\int_D \left(f(\underline{x}) - \bar{f}\right)^2 d\underline{x}} \tag{5.18}$$

L'écart-type des niveaux de gris dans la fenêtre de corrélation de l'image de référence σ_f est introduit :

$$\sigma_f = \sqrt{\frac{1}{n}\int_D \left(f(\underline{x}) - \bar{f}\right)^2 d\underline{x}} \tag{5.19}$$

avec n le nombre de voxels dans D.

D'où :

$$C_3 = \frac{\min_{b,c} \int_D \left(f(\underline{x}) - c.g\left[\phi^{0\to h}(\underline{x})\right] - b\right)^2 d\underline{x}}{n\sigma_f^2} \tag{5.20}$$

Si l'appariement entre les deux images est parfait, le numérateur de cette expression de C_3 est relié directement au bruit de l'image de référence σ_{ima}, comme démontré dans l'Annexe B. Le coefficient de corrélation dans cette condition idéale est appelé $C_{idéal}$. Finalement, en faisant l'hypothèse que le bruit est Poissonnien, le carré de l'écart-type du bruit devient alors proportionnel à la moyenne des niveaux de gris dans la fenêtre de corrélation de l'image de référence μ_f (Annexe B). Ainsi, le coefficient de corrélation idéal est relié à la moyenne et à l'écart-type des niveaux de gris dans la fenêtre de corrélation par :

$$C_{idéal} \propto \frac{\mu_f}{\sigma_f^2} \tag{5.21}$$

L'hypothèse que le bruit de nos images de microtomographie aux rayons X est Poissonnien n'a pas été vérifiée au cours de ce travail mais il serait intéressant, en perspective, de s'assurer la validité de cette hypothèse. Cependant, il a été constaté que cette hypothèse permettait d'obtenir une expression de C_{ideal} proportionnelle à μ_f/σ_f^2, comme montré par la suite.

$C_{idéal}$ est donc une estimation de ce que le coefficient de corrélation doit valoir au point $\underline{X_k}$ en cas de bon appariement et il peut être calculé uniquement à partir des niveaux de gris situés dans la fenêtre de corrélation au point $\underline{x_k}$ de l'image de référence. Ce coefficient peut être utilisé comme critère local.

La corrélation entre C et $C_{idéal}$ est illustrée dans la Figure 5.12a dans le cas d'une DVC effectuée entre deux images de l'échantillon C1 équilibré à 44% HR, avec une différence de taille de voxel entre les deux images acquises successivement induisant une déformation homogène apparente de 1,00%. Cette figure met en évidence la relation entre $C_{idéal}$ et C dont la régression linéaire a pour équation :

$$C_{idéal} = \alpha C + \beta \tag{5.22}$$

Cette relation est sensible à différents paramètres, en particulier la rotation entre deux configurations car la fonction de forme utilisée dans cette étude est un polynôme d'ordre 0. La sensibilité à la rotation est illustrée dans la Figure 5.12b qui montre la relation pour différents angles

de rotation entre les configurations de référence et déformée, appliquée lors de la reconstruction de l'image (rotation virtuelle) (paramètres de corrélation décrits dans le paragraphe 3.3.2.). La sensibilité est particulièrement prononcée dans ce cas car les fenêtres ont un rapport d'aspect élevé. Ainsi, les paramètres α et β doivent être systématiquement adaptés pour chaque analyse, et la rotation doit être minimisée.

La présence de points situés dans la partie inférieure droite du graphique et éloignés du nuage de points principal montre que ces points sont mal positionnés (points faux) ou que le contraste local au voisinage de ces points a fortement évolué entre l'acquisition des deux images. La Figure 5.12c représente le nuage de points en présence d'une rotation de 1,5° où des points faux sont présents et illustre la mise en évidence de points faux.

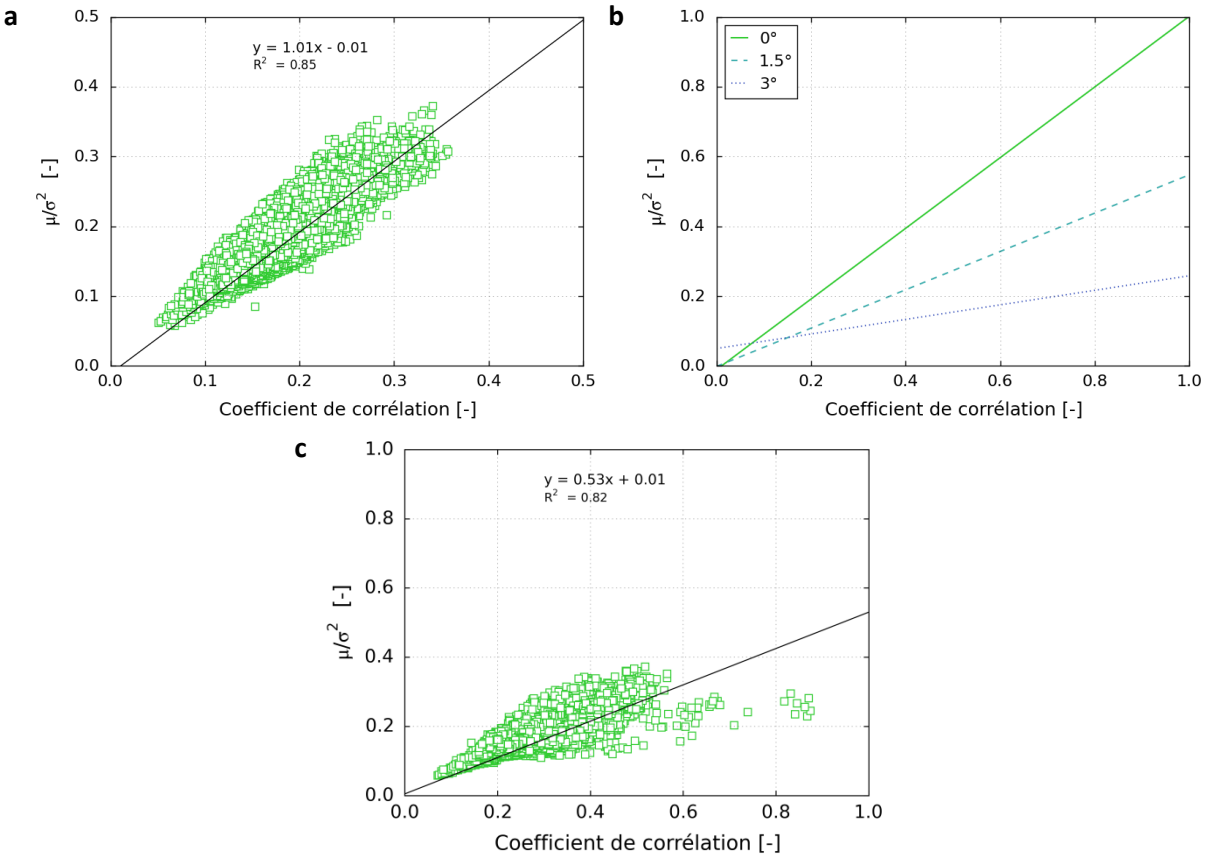


Figure 5.12 – Relation entre le coefficient de corrélation idéal μ/σ² et le coefficient de corrélation mesuré par DVC. Cas de l'échantillon C1 avec des fenêtres de corrélation de 20x20x100 voxels3. (a) Relation pour une rotation nulle. (b) Evolution de la relation avec l'angle de rotation. (c) Relation pour une rotation de 1,5° montrant la présence de points faux.

3.2.3. Discrimination des points de corrélation

Compte tenu de la forte dispersion de la relation $C_{idéal} = f(C)$, il est proposé d'effectuer le tri des points de corrélation par une approche statistique. La méthode de tri choisie raisonne en termes de proportion de points supports f_{ps} situés au-dessus de la droite $C_{idéal} = \alpha C + \beta$. En pratique, cela revient à ne retenir que les points dans la partie supérieure gauche du nuage de points, c'est-à-dire ceux ayant le meilleur coefficient de corrélation réel lorsqu'il est comparé au coefficient de corrélation idéal. La discrimination des points suit donc maintenant la règle suivante :

$$\begin{cases} \text{si } C(\underline{X}) < \dfrac{C_{idéal}(\underline{X}) - \beta}{\alpha} \text{ (point accepté)} \\ \text{si } C(\underline{X}) > \dfrac{C_{idéal}(\underline{X}) - \beta}{\alpha} \text{ (point exclu)} \end{cases} \quad (5.23)$$

α est obtenu par régression linéaire sur l'ensemble des points de corrélation en considérant que les points faux influent peu sur sa valeur du fait de leur faible proportion par rapport aux points pertinents. α permet ainsi de décrire la relation moyenne entre $C_{idéal}$ et C. Il a été choisi de garder la valeur de α constante et d'ajuster la proportion de points supports uniquement en faisant varier β. La fonction de répartition de β pour α fixé sur l'ensemble des points de corrélation est construite. A partir de cette fonction, la valeur de β correspondant au seuil de points supports choisi est déterminée. Le seuil de points supports est choisi au moyen d'une analyse d'erreurs décrite dans la dernière partie de ce chapitre.

Une autre méthode de tri aurait pu être utilisée mais celle-ci a permis une mise en place rapide et l'obtention de résultats satisfaisants.

3.2.4. Intégration du critère local dans la procédure de DVC

Afin d'alléger la procédure de DVC, le critère local est appliqué après une corrélation préliminaire. Il permet de sélectionner une proportion de points supports. Une procédure de régularisation développée par Gaye (2015) [136] permet alors d'approcher les points exclus près du bon minimum local du coefficient de corrélation. A partir du gradient de déplacement local des points supports les plus proches, les positions des points exclus sont extrapolées. La recherche de la position du minimum local est ensuite effectuée dans le voisinage de ces nouvelles positions *a priori* par optimisation.

Pour initier la procédure, une corrélation au voxel près est effectuée. Cette étape demande à l'opérateur d'intervenir manuellement pour positionner le premier point de corrélation. Il doit aussi s'assurer d'une position pertinente des premiers points de corrélation.

Les positions subvoxels des points de corrélation sont ensuite déterminées par optimisation. Les points de corrélation sont ensuite discriminés avec la méthode de tri mise en place : le critère local $C_{idéal}$ est calculé à partir de l'image de référence pour l'ensemble des points de corrélation, la courbe $C_{idéal} = f(C)$ est tracée en utilisant les coefficients de corrélation mesurés lors de l'optimisation et la fraction des points considérés comme non pertinents est exclue. Ceux-là sont ensuite extrapolés à une nouvelle position *a priori* (repositionnement) définie en se basant sur le gradient de déplacement local, calculé à partir des points supports les plus proches. Enfin, une optimisation finale permet de rechercher les positions subvoxels des points exclus à partir de leur nouvelle position *a priori*. Ces trois dernières étapes sont itérées jusqu'à ce que la courbe $C_{idéal} = \alpha C + \beta$ soit cohérente.

La Figure 5.13 illustre la pertinence du résultat de cette procédure de tri pour un échantillon de bois final (BF3) analysé entre 44 et 97% HR et en prenant une fraction de points supports seuil de 30% lors de la procédure de discrimination. Avant l'étape de discrimination, un nuage de points à tendance linéaire est observé. Cependant, plusieurs points s'écartent de cette tendance et sont situés dans une zone où le coefficient de corrélation mesuré est nettement supérieur au coefficient de corrélation idéal. Ces points sont repérés dans l'image déformée où leur position ne s'avère pas pertinente, comme l'illustre la Figure 5.13b. La Figure 5.13c montre que les points faux ont été correctement

replacés grâce aux étapes de discrimination puis repositionnement et optimisation (Figure 5.13c) et leur position dans l'image déformée semble alors beaucoup plus cohérente.

Cette méthode peut aussi être utilisée comme outils pour détecter la présence de points de corrélation mal positionnés.

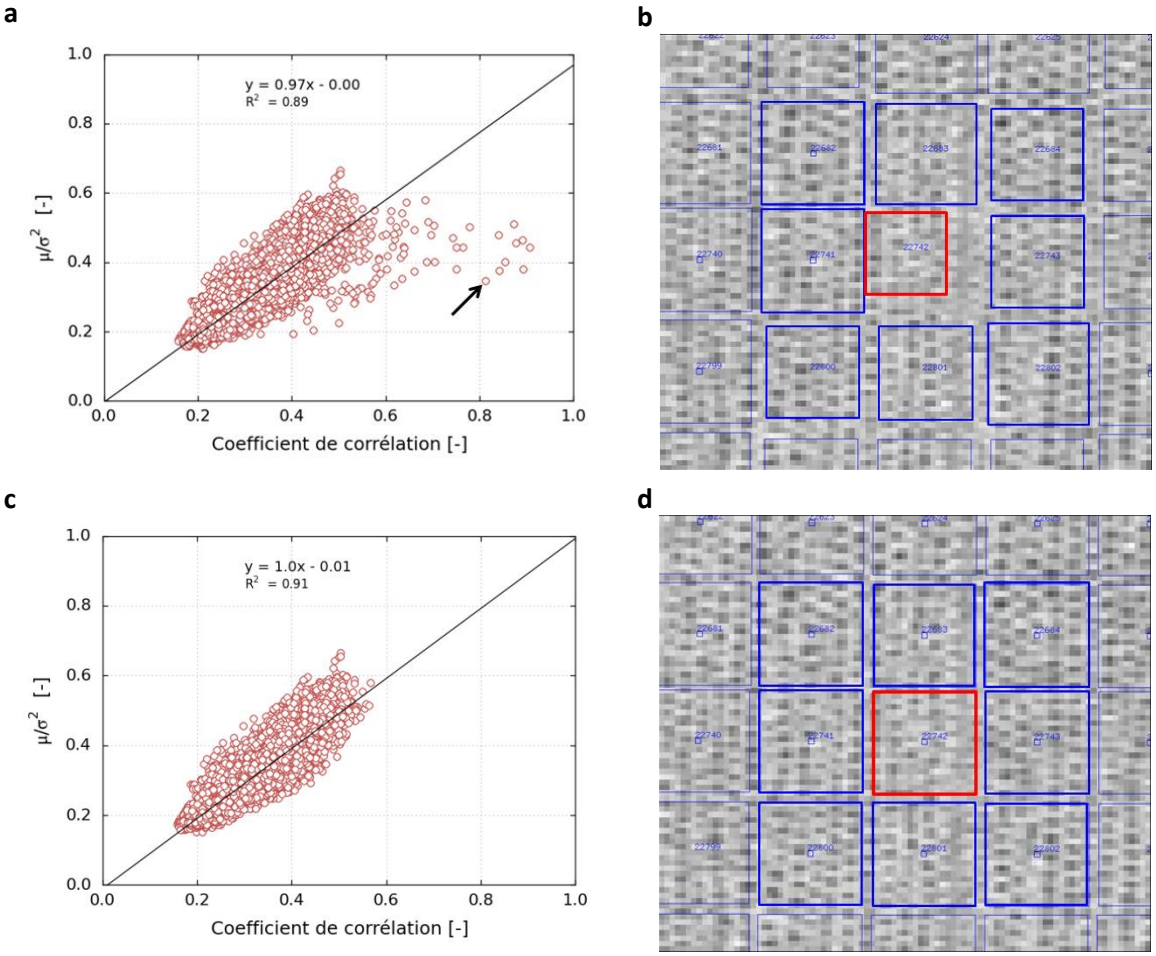


Figure 5.13 – Relation entre le coefficient de corrélation idéal μ/σ^2 et le coefficient de corrélation mesuré par DVC et visualisation d'un point repositionné par la procédure (a), (b) avant discrimination et (c), (d) après discrimination de 30% des points suivie d'une extrapolation et optimisation subvoxel. Cas d'un échantillon de bois final (BF3) dont les états de référence et déformés sont 44 et 97% HR.

3.3. Protocole expérimental de corrélation d'images volumiques

3.3.1. Détermination des paramètres de corrélation

La mise en place d'une analyse par corrélation d'images exige le choix de nombreux paramètres qui impactent sur le résultat final [131]. Dans le cas de cette étude, les facteurs retenus sont :

- la taille de fenêtre de corrélation
- le rapport d'aspect de la fenêtre entre les directions transversales et la direction longitudinale
- la proportion de points supports sélectionnés
- l'angle de rotation maximal acceptable entre les deux images

L'influence de ces paramètres est évaluée à partir d'une analyse d'erreurs. L'image déformée est acquise à la suite et dans les mêmes conditions que l'image de référence avec une taille de voxel

légèrement différente pour simuler une déformation homogène apparente du matériau. Les détails de cette analyse par type d'échantillon sont donnés dans le Tableau 5.1. Des DVC sont ensuite effectuées en faisant varier les paramètres étudiés, l'objectif étant de choisir les paramètres pertinents par rapport aux caractéristiques des images.

Tableau 5.1 – Données d'entrées pour l'analyse d'erreur et paramètres étudiés.

					Paramètres étudiés			
Type d'échantillon	**HR [%]**	**Taille de voxel [µm] référence**	**déformée**	**ε_{zoom} [%]**	**Taille de fenêtre**	**Rapport d'aspect**	**% points acceptés**	**Rotation**
Bois initial (BI2)	23	8,00219	7,90298	1,255	X	X	X	-
Bois final (BF2)	44	8,00248	7,92094	1,029	X	X	X	-
Cerne (C1)	44	8,00219	7,92271	1,003	X	X	X	X

Les évolutions de l'erreur aléatoire sur le déplacement – écart-type des écarts entre les déplacements locaux attendus et les déplacements locaux mesurés – en fonction des différents paramètres étudiés sont montrées dans la Figure 5.14. Pour faciliter la lecture, une échelle secondaire a été ajoutée pour la composante longitudinale dont l'erreur aléatoire est environ dix fois plus élevée pour que les composantes transversales.

Influence de la taille des fenêtres de corrélation

La taille de fenêtre de corrélation définit la quantité d'informations disponible sur la distribution spatiale des niveaux de gris. L'erreur aléatoire est mesurée en prenant des fenêtres cubiques de différentes tailles, 10, 15, 20 et 50 voxels[3]. Une taille plus grande améliore *a priori* la précision, dans la limite de la pertinence de la fonction de forme, mais limite la résolution spatiale.

Lorsque la taille de fenêtre augmente, l'erreur aléatoire diminue (Figure 5.14a). Pour les composantes transversales, un plateau est atteint à partir d'une taille d'environ 20 voxels, tandis que l'erreur sur la composante longitudinale continue de diminuer.

Le contraste local des images est principalement donné par les cellules du bois dont les dimensions radiales et tangentielles sont de l'ordre de quelques voxels, alors que leur dimension longitudinale est de l'ordre de plusieurs dizaines de voxels. Lorsque les fenêtres sont de petites tailles par rapport à ce marquage, la quantité d'informations fournie est limitée et ne permet pas toujours une bonne reconnaissance de cette fenêtre dans l'image déformée. Le minimum du coefficient de corrélation n'est alors pas assez prononcé. Cependant, lorsque la taille de fenêtre augmente, la résolution du champ de déplacement diminue si la taille de fenêtre est égale au pas de la grille de points de corrélation. Cette courbe met donc en évidence un optimum de taille de fenêtre d'environ 20 voxels dans les directions radiale et tangentielle, bon compromis entre précision et résolution. La taille de fenêtre optimale dans la direction longitudinale n'est pas mise en évidence sur cette courbe du fait de la dimension longitudinale importante des cellules (grande taille du marquage). L'erreur minimale observée correspond à la plus grande taille testée (50 voxels).

Influence du rapport d'aspect des fenêtres de corrélation

En raison de l'anisotropie du marquage des images, causée par la structure anisotrope du bois, l'influence du rapport d'aspect des fenêtres entre les directions transversales et la direction longitudinale est étudiée. Comme l'a montrée l'analyse sur la taille de fenêtre, l'optimum de la dimension longitudinale de la fenêtre est obtenu pour des valeurs supérieures à 50 voxels. Dans la Figure 5.14b, les fenêtres de corrélation ont une section constante de 20x20 voxels^2 et la dimension longitudinale varie entre 20 et 150 voxels.

L'erreur aléatoire des trois composantes du déplacement diminue avec la dimension longitudinale de la fenêtre. Cet effet est particulièrement prononcé pour la composante longitudinale puisque l'erreur diminue d'environ 30% entre 20 et 100 voxels. Au-delà de 100 voxels l'erreur est stabilisée. Cette dimension semble donc optimale.

Influence de la proportion de points supports dans la procédure de discrimination

L'intégration du critère local dans la procédure de DVC nécessite de sélectionner une proportion de points supports f_{ps} à partir desquels la position *a priori* des points exclus est définie. L'influence sur la précision de la mesure de f_{ps} choisi pour la première itération de la procédure de discrimination est donc examinée. L'analyse d'erreurs est effectuée en faisant varier f_{ps} entre 1 et 90% (Figure 5.14c).

Une augmentation de l'erreur aléatoire avec f_{ps} est observée. En effet, plus f_{ps} est importante, plus la probabilité de sélectionner des points mal positionnés est élevée. Il peut y avoir alors un effet dominos car les points supports sont ensuite utilisés pour positionner les points exclus. Si leur position est fausse, les points qui s'appuient sur eux risquent d'être à leur tour mal positionnés. La forme polynômiale des courbes des composantes transversales peut être expliquée par ce phénomène.

En-dessous d'une proportion de 30%, l'erreur aléatoire est stable excepté pour la composante longitudinale où une légère diminution est encore observée. Cette valeur seuil semble optimale pour les analyses.

Influence de l'angle de rotation entre l'image de référence et l'imagé déformée

La présence d'une rotation entre l'image de référence et l'image déformée peut induire des erreurs puisque la fonction de forme utilisée est à l'ordre 0. Or, une rotation n'est pas à exclure dans le protocole expérimental utilisé car les échantillons sont replacés pour chaque scan.

Des rotations de l'image déformée de 1,5° et 3° sont appliquées lors de la reconstruction pour mettre en évidence l'influence de la rotation sur la précision de la mesure. On précise que l'axe de rotation n'est pas orienté dans une des directions principales du bois. Des analyses similaires aux précédentes sont ensuite effectuées avec des fenêtres de corrélation de 20x20x100 voxels^3 (Figure 5.14d). Un essai a aussi été réalisé avec 5° mais le positionnement automatique des points est extrêmement difficile car cet angle est trop élevé.

Au-delà de 1,5°, l'erreur aléatoire augmente avec l'angle de rotation. L'objectif est donc d'avoir un angle de rotation ne dépassant pas 1,5°. Ce réglage peut s'effectuer lors de la reconstruction. Ainsi, cette analyse justifie l'étape du protocole de reconstruction où l'opérateur doit minimiser la rotation entre les images d'un essai en alignant le mieux possible les bords de l'échantillon avec les directions de l'image.

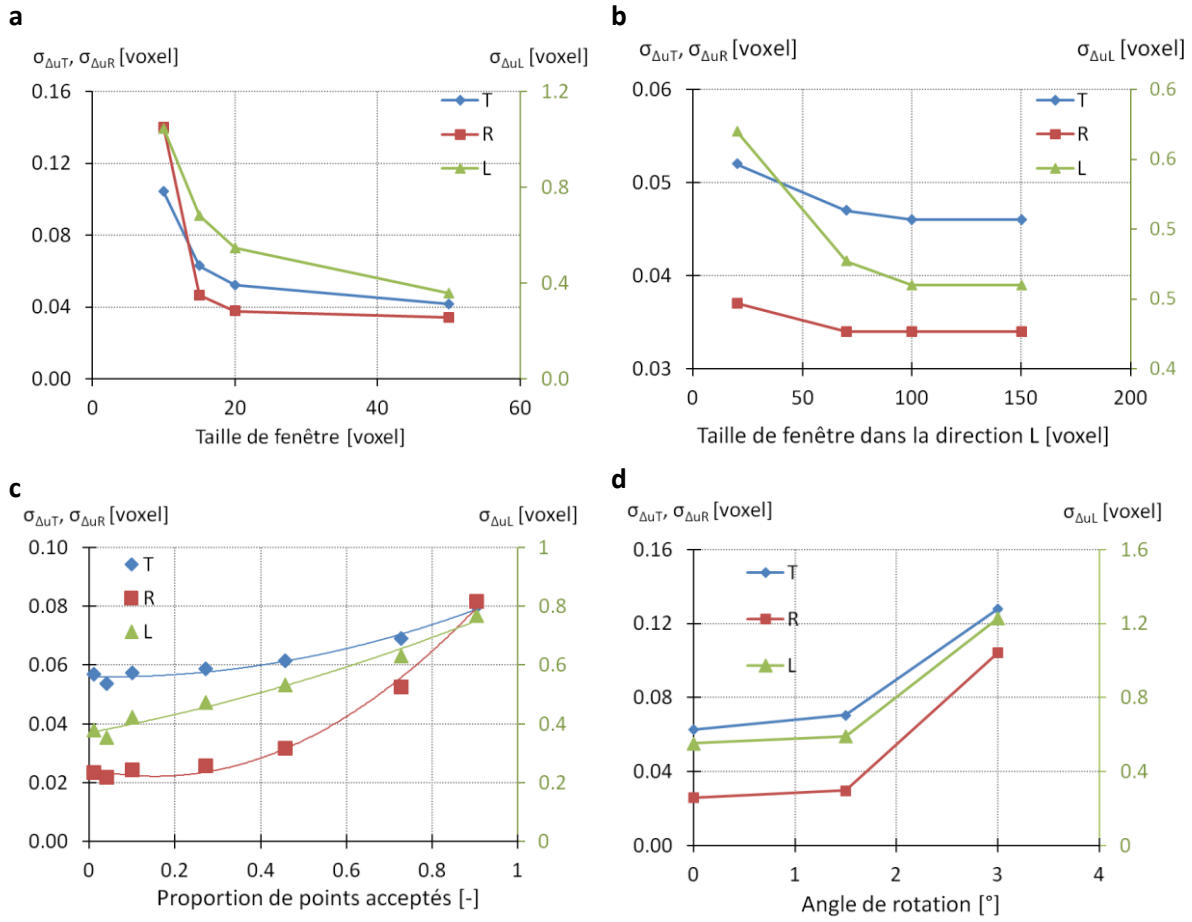


Figure 5.14 – Influence de paramètres sur les incertitudes sur le déplacement. (a) Taille de la fenêtre (cubique) (échantillon BI2). (b) Taille de la fenêtre dans la direction L avec 20 voxels dans les directions R et T (échantillon BI2). (c) Proportion de points acceptés pour la procédure de discrimination (échantillon C1). (d) Angle de rotation entre l'image de référence et d'limage déformée (échantillon C1).

3.3.2. Procédure générale

Dans cette expérience, la référence pour la DVC est systématiquement l'image de l'échantillon équilibré à 2% HR (cycle b). Lors de la reconstruction, la rotation entre cette image et l'image déformée est minimisée (rotation entre les deux images de 1° au maximum) afin de réduire les erreurs de fonction de forme. Une zone d'analyse est définie sur l'image de référence de chaque échantillon analysé, en laissant une région d'environ 50 voxels par rapport à la surface extérieure de l'échantillon pour exclure l'interface bois/air qui pose problème pour l'analyse. Un maillage 3D régulier de points espacés de 20 voxels est construit sur cette zone. Son repère est aligné avec les directions de l'image, correspondant approximativement aux directions principales du bois R, T et L. Le Tableau 5.2 indique la taille de la zone d'analyse et le nombre de points de corrélation associés à chaque échantillon.

Tableau 5.2 – Taille des régions d'intérêt analysées par DVC et nombre de points de corrélation.

		Bois initial			Bois final			Cerne
		BI1	**BI2**	**BI3**	**BF1**	**BF2**	**BF3**	**C1**
Taille de la zone analysée [voxels]	R	285	280	310	290	290	317	680
	T	1070	1180	1140	1180	1180	1150	690
	L	860	810	823	840	860	857	600
Nombre de points	R	16	15	17	16	16	17	35
	T	55	60	58	60	60	59	36
	L	44	42	43	43	44	44	31

La taille des fenêtres de corrélation est de 20x20x100 voxels (R, T, L). Ces fenêtres couvrent ainsi la totalité de la zone analysée et, dans les directions radiales et tangentielles, il n'y a pas de recouvrement entre fenêtres de corrélation voisines (Figure 5.15). Le domaine de recherche a été fixé à 3x3x3 voxels pour la 1ère itération de la procédure de discrimination pour laquelle la proportion de points supports f_{ps} conservés est 30%. Cette procédure est ensuite itérée une seconde fois, en augmentant la proportion de points supports (90%). Enfin, la précision subvoxel est obtenue par interpolation tri-linéaire des niveaux de gris de l'image déformée par descente de gradient.

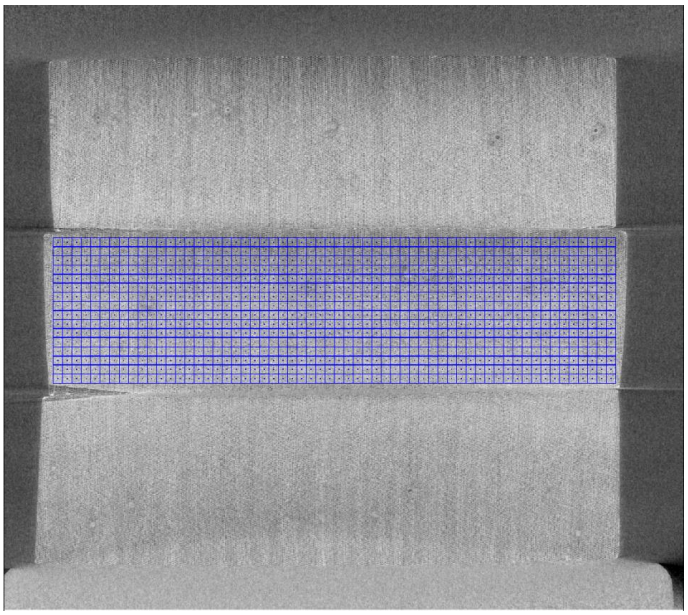


Figure 5.15 – Grille de référence de l'échantillon BF2 observée dans le plan RT.

3.3.3. Erreurs

Les erreurs aléatoires et systématiques sur les trois composantes de déplacement associées à cette procédure de DVC sont données (Tableau 5.3). Comme discuté précédemment, l'erreur sur la composante longitudinale est plus élevée car le contraste dans cette direction est faible.

Tableau 5.3 – Incertitudes sur la mesure du champ de déplacement (σ : erreur aléatoire, μ : erreur systématique).

Type d'échantillon	Radiale		Tangentielle		Longitudinale	
	$\sigma_{\Delta u}$	$\mu_{\Delta u}$	$\sigma_{\Delta u}$	$\mu_{\Delta u}$	$\sigma_{\Delta u}$	$\mu_{\Delta u}$
Bois initial (BI2)	0,03	0,0003	0,05	0,0008	0,5	0,001
Bois final (BF2)	0,03	0,0006	0,06	0,0008	0,6	0,0005
Cerne (C1)	0,03	0,00006	0,06	0,0001	0,5	0,0002

L'évolution de ces erreurs est tracée en fonction de la partie fractionnaire du déplacement (Figure 5.16). La courbe en « S » de l'erreur systématique est observée pour les composantes transversales. Les erreurs sont alors plus élevées pour des parties fractionnaires proches de 1 (proximité d'une valeur entière de voxel). L'évolution de l'erreur systématique longitudinale est quant à elle très bruitée. Etant donnée l'amplitude importante de l'erreur aléatoire longitudinale (dix fois plus élevée), l'erreur systématique est certainement masquée par celle-ci.

Par ailleurs, l'erreur aléatoire évolue peu avec la partie fractionnaire du déplacement. Seule une légère augmentation de l'erreur sur la composante tangentielle à proximité des valeurs entières et demi-entières est observée. Enfin, l'erreur aléatoire dans la direction longitudinale est beaucoup plus élevée que dans les directions transversales.

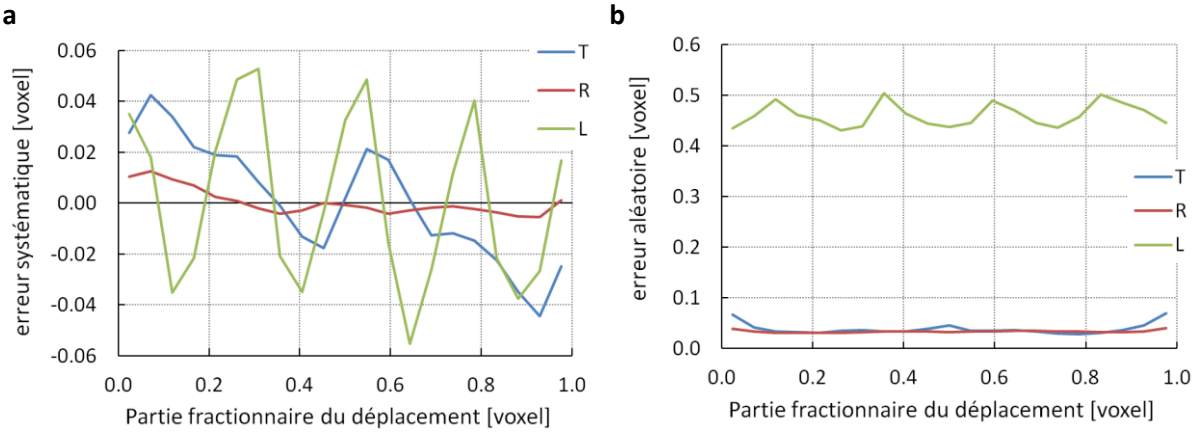


Figure 5.16 – Evolution des erreurs (a) systématiques et (b) aléatoires avec la partie fractionnaire du déplacement.

3.3.4. Post-traitement des mesures

Une fois les mesures des champs de déplacement entre l'image de référence et l'image déformée effectuées, différentes étapes de post-traitement sont nécessaires pour analyser les données (Figure 5.17). Dans cette étude, les déformations locales sont calculées avec le logiciel Cast3M (voir partie « Calcul des déformations »). Celles-ci sont ensuite moyennées sur des zones spécifiques pour accéder aux déformations à différentes échelles. Un post-traitement des données en sortie des déformations est alors nécessaire. Enfin, l'hétérogénéité des champs de déformation est analysée à travers leur visualisation en 3D avec le logiciel Paraview.



Figure 5.17 – Procédure de post-traitement des mesures de corrélation d'images volumiques.

4. Calcul des déformations

4.1. Déformations à plusieurs échelles

La DVC fournit en sortie deux matrices contenant :

- les coordonnées des points de corrélation dans l'image de référence,
- les coordonnées des points de corrélation dans l'image déformée.

Le déplacement de chaque point de corrélation est calculé à partir de ses positions dans les images de référence et déformée. Les déformations sont ensuite déterminées par la méthode des éléments finis en construisant un maillage dont les nœuds sont les points de corrélation de l'image de référence. Le tenseur des déformations de Green-Lagrange linéarisées $\underline{\underline{\varepsilon}}(\underline{X})$ (équation (5.24)) est calculé aux points de Gauss par application des fonctions de forme des éléments.

$$\underline{\underline{\varepsilon}} = \frac{1}{2}\left(\underline{\underline{\nabla u}} + {}^{t}\underline{\underline{\nabla u}}\right) \tag{5.24}$$

Les éléments utilisés sont de type cubique. Ils possèdent 8 nœuds coïncidant avec les points de corrélation et les interpolations sont linéaires (éléments CUB8 de Cast3M). Enfin, étant donné que les mesures de DVC fournissent les 9 composantes du gradient de déformation défini dans le repère de l'image, une procédure standard de diagonalisation permet d'obtenir les 3 composantes principales associées au repère R, T, L du matériau bois. On constate en pratique que les gradients de déformation calculés sont quasi-diagonaux, et ainsi que les écarts entre les composantes diagonales et les valeurs propres sont très faibles.

Par ailleurs, dans cette étude, les déformations sont moyennées sur différents domaines pour déterminer les déformations à différentes échelles : globale, locale et intermédiaires. La Figure 5.18 illustre les différents domaines sur lesquels les déformations sont moyennées.

La déformation globale est obtenue en moyennant les déformations sur toute la région analysée par DVC de volume V_{tot} :

$$E_{ij} = \frac{1}{V_{tot}} \int_{V_{tot}} \varepsilon_{ij}(\underline{x})\, \underline{dx} \tag{5.25}$$

Les profils radiaux des déformations sont obtenus en moyennant les déformations sur des tranches TL dont la normale est la direction radiale et l'épaisseur est la dimension radiale d'un élément du maillage. Ces tranches ont un volume V_{TL} et les déformations à cette échelle sont :

$$E_{ij}(R) = \frac{1}{V_{TL}} \int_{V_{TL}} \varepsilon_{ij}(\underline{x})\, \underline{dx} \tag{5.26}$$

Les profils tangentiels en une position longitudinale L_0 donnée sont obtenus en moyennant les déformations selon la direction radiale sur des allumettes orientées dans la direction radiale (domaine de volume V_R) :

$$E_{ij}(T, L_0) = \frac{1}{V_R} \int_{V_R} \varepsilon_{ij}(\underline{x})\, \underline{dx} \tag{5.27}$$

Enfin, les moyennes par élément du maillage permettent la détermination des déformations locales au centre de l'élément de coordonnée $\underline{x_{el}}$ dont le volume est $V_{élément}$:

$$E_{ij}(\underline{x_{el}}) = \frac{1}{V_{élément}} \int_{V_{élément}} \varepsilon_{ij}(\underline{x})\, \underline{dx} \tag{5.28}$$

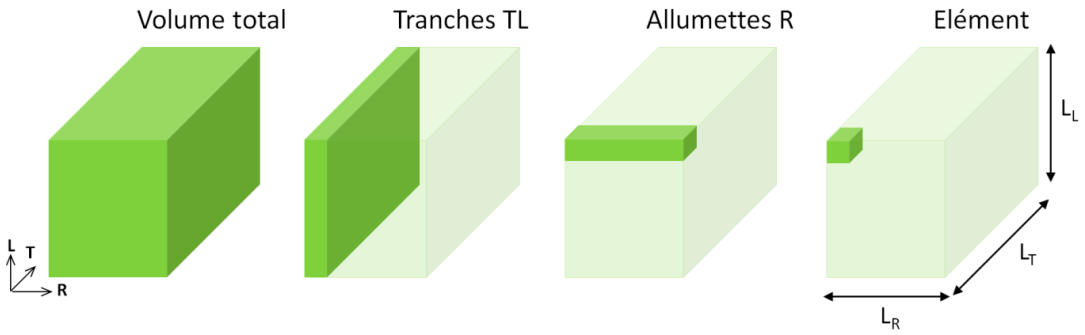


Figure 5.18 – Sous-domaines sur lesquels sont calculées les déformations moyennes.

4.2. Incertitudes de mesure

Les incertitudes sur les mesures de déformation sont estimées dans ce paragraphe. De nombreuses sources d'erreurs peuvent exister, comme discuté précédemment. On se propose ici de quantifier les incertitudes induites par les erreurs de DVC, ainsi que celles induites par la géométrie du microtomographe.

4.2.1. Incertitudes liées à la DVC

L'incertitude sur le gradient de déplacement (idem pour les déformations) liée aux erreurs de la DVC est évaluée à partir de l'erreur aléatoire sur le déplacement local par propagation des incertitudes. Considérons une région d'intérêt de dimensions L_R x L_T x L_L constituée de n_R x n_T x n_L nœuds (Figure 5.19).

Le gradient de déplacement F_{ij} s'exprime par l'équation (5.29) et est mesuré pour $N_k N_i$ couples de points de corrélation d'où les incertitudes sur le gradient de déplacement données par l'équation (5.30) [137]. Cette équation nécessite que les mesures en chaque point soient indépendantes donc que les fenêtres de corrélation ne se recouvrent pas.

$$F_{ij} = \frac{\Delta u_i}{L_j} + 1 \tag{5.29}$$

$$\sigma_{F_{ij}} = \frac{\sigma_{u_i}}{L_j} = \frac{\sqrt{2}}{\sqrt{N_k N_i}} \frac{\sigma_{u_i}}{L_j} \tag{5.30}$$

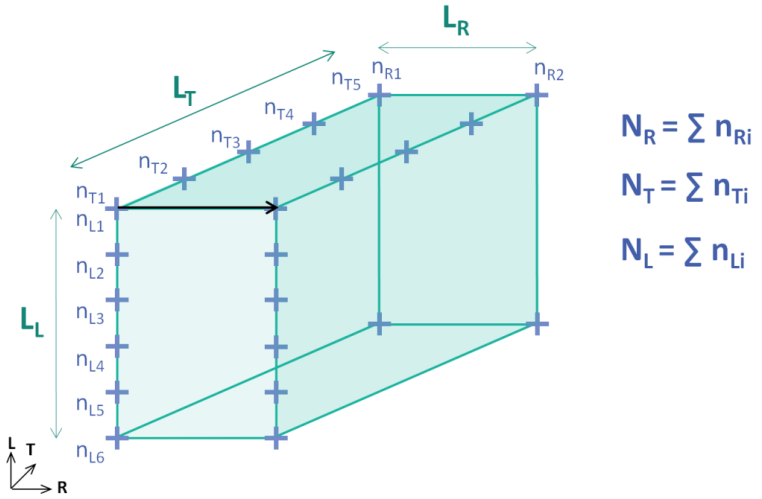


Figure 5.19 – Description de la région d'intérêt sur laquelle est réalisée l'analyse d'erreur.

L'incertitude sur le gradient de déplacement est donc dépendante de la taille de la base de mesure : une mesure globale du gradient de déplacement sur toute la région d'intérêt analysée par DVC sera plus précise qu'une mesure locale.

Les erreurs sur les mesures des composantes principales du tenseur des déformations, qui seront utilisées dans les chapitres suivantes, sont déterminées en utilisant l'équation (5.30) et à partir des incertitudes sur la mesure du déplacement local par DVC calculées page 170 (Tableau 5.4).

Le ratio d'anisotropie dans le plan transverse $\varepsilon_T/\varepsilon_R$, noté T/R par la suite, sera aussi étudié dans ce travail. Les incertitudes de mesures le concernant sont calculées avec la loi de propagation des incertitudes :

$$\sigma_{T/R} = \frac{\sigma_{\varepsilon_R}}{\varepsilon_R} + \frac{\varepsilon_T \sigma_{\varepsilon_T}}{{\varepsilon_R}^2} \tag{5.31}$$

Tableau 5.4 – Incertitudes sur les mesures de déformations R, T et L (sans dimensions) à différentes échelles liée à la DVC pour des échantillons de bois initial, bois final et d'un cerne (images de µTRX, taille de voxel : 8 µm).

Echelle	Type d'échantillon	R	T	L
Globale	Bois initial	3.10^{-6}	2.10^{-6}	3.10^{-5}
	Bois final	3.10^{-6}	3.10^{-6}	3.10^{-5}
	Cerne	2.10^{-6}	4.10^{-6}	3.10^{-5}
Tranche TL	Bois initial	4.10^{-5}	6.10^{-6}	8.10^{-5}
	Bois final	4.10^{-5}	8.10^{-6}	9.10^{-5}
	Cerne	6.10^{-5}	2.10^{-5}	1.10^{-4}
Allumettes R	Bois initial	8.10^{-5}	1.10^{-5}	2.10^{-4}
	Bois final	7.10^{-5}	1.10^{-5}	2.10^{-4}
	Cerne	3.10^{-5}	1.10^{-5}	1.10^{-4}
Locale	Bois initial	1.10^{-3}	2.10^{-3}	2.10^{-2}
	Bois final	1.10^{-3}	2.10^{-3}	2.10^{-2}
	Cerne	1.10^{-3}	2.10^{-3}	2.10^{-2}

4.2.2. Incertitudes liées à la géométrie du microtomographe

Les images du cycle de sorption n'étant pas acquises successivement, l'échantillon doit être repositionné dans le microtomographe à chaque étape du cycle de sorption. Une variation de grandissement entre chaque image est donc présente. Connaissant la taille de voxel de chaque image, les déformations mesurées ε_{mes} peuvent être corrigées pour compenser cette variation. Celles-ci correspondent à la somme des déformations du matériau ε_{mat} et des déformations induites par la variation de grandissement ε_{zoom} donnée par les équations précédents (5.14) et (5.15). La correction appliquée est ainsi, en considérant que $\lambda_G \approx 1$:

$$\varepsilon_{mat} = \frac{\varepsilon_{mes} + 1}{\lambda_G} - 1 \tag{5.32}$$

$$\text{avec } \varepsilon_{mes} = \varepsilon_{mat} + \varepsilon_{zoom} \tag{5.33}$$

Une incertitude sur le grandissement est néanmoins présente et non négligeable, du fait des incertitudes sur les distances source-détecteur (SD) et source-objet (SO). On se propose ici d'estimer ces incertitudes. La taille d'un voxel et la taille du capteur sont respectivement notées t_{voxel} et $t_{capteur}$. Dans nos conditions expérimentales, SO = 19 mm, SD = 302 mm et $t_{capteur}$ = 127 µm. La relation entre t_{voxel} et $t_{capteur}$ est :

$$t_{voxel} = t_{capteur} \times \frac{SO}{SD} \tag{5.34}$$

L'incertitude relative sur la taille de voxel est donc :

$$\frac{\Delta t_{voxel}}{t_{voxel}} = \frac{\Delta t_{capteur}}{t_{capteur}} + \frac{\Delta SO}{SO} + \frac{\Delta SD}{SD} \approx \frac{\Delta SO}{SO} \tag{5.35}$$

L'incertitude sur la distance SO est estimée à $\pm 10^{-3}$ mm. On obtient donc :

$$\frac{\Delta t_{voxel}}{t_{voxel}} \approx \frac{1.10^{-3}}{19} \approx 5.10^{-5} \tag{5.36}$$

$$\Delta t_{voxel} \approx 4.10^{-4} \text{ µm} \tag{5.37}$$

A partir de l'équation (5.14), l'incertitude sur la variation de grandissement est estimée à :

$$\Delta(\lambda_G) \approx 2 \times \frac{\Delta t_{voxel}}{t_{voxel}} = 1.10^{-4} \tag{5.38}$$

5. Conclusion

Une démarche d'analyse locale tridimensionnelle du comportement hygromécanique du bois à l'échelle du cerne a été proposée. Un protocole d'essai de gonflement/retrait du bois sous microtomographie aux rayons X a été tout d'abord instauré. Pour pallier le temps d'acquisition important du microtomographe de laboratoire, seuls les états équilibrés du bois sont étudiés. La structure des échantillons est ainsi imagée lorsqu'ils sont équilibrés à différentes humidités relatives et au moyen d'un dispositif permettant le maintien de l'humidité relative pendant l'acquisition.

A partir de ces images, une mesure du champ de déplacement et de déformation peut ensuite être effectuée avec la technique de corrélation d'images volumiques. Celle-ci doit être adaptée aux images

du bois à l'échelle du cerne qui présentent une forte anisotropie et une périodicité de la structure dans le plan transversal. Une méthode pour assurer un positionnement pertinent des points de corrélation a ainsi été mise en place à travers la définition d'un critère local sur le coefficient de corrélation et permet un repositionnement des points dont la position est considérée comme incorrecte. De plus, les paramètres optimums de corrélation d'images ont été définis au moyen d'une analyse d'erreurs effectuée.

Enfin, la méthode de calcul des déformations par éléments finis à partir des résultats de la corrélation d'images est présentée. En moyennant sur différents domaines les déformations calculées aux nœuds des éléments, une mesure des déformations à plusieurs échelles peut-être effectuée. Ainsi, les déformations peuvent être analysées sous la forme de mesures globale et locale, mais aussi sous la forme de profils unidirectionnels, dans le cas actuel, dans les directions radiales et tangentielles. Les erreurs associées à chacune de ces mesures sont aussi calculées.

L'ensemble de ces protocoles et méthodes permet ainsi d'investiguer les mécanismes locaux de déformations du bois à l'échelle du cerne en trois dimensions. Ces analyses vont permettre, dans la suite de ce travail, de mieux comprendre et comparer le comportement hygromécanique du bois initial et du bois final, d'établir des relations locales entre la structure (au travers de la densité) et leur comportement et finalement d'étudier le couplage et les éventuelles interactions entre ces deux matériaux.

Chapitre 6 – Etude multi-échelle du comportement hygromécanique

1. Introduction

Ce chapitre est dédié à l'analyse expérimentale du comportement hygromécanique du bois à différentes échelles : échelle du cerne et du bois initial et bois final isolés (mesures globales), échelle de quelques cellules (mesures locales) et échelle intermédiaire définie à partir des hétérogénéités du champ de déformation. Pour effectuer cette analyse, les moyens expérimentaux utilisés sont la microtomographie aux rayons X de laboratoire (µTRX), qui permet d'acquérir des images 3D de la structure du bois à différents états hydriques, et la corrélation d'images volumiques (DVC), qui permet, à partir des images de µTRX, de mesurer les déformations entre ces états hydriques à différentes échelles.

Après une comparaison des mesures globales de DVC avec celles obtenues avec un comparateur, une étude du comportement hygromécanique global du bois initial, du bois final et du cerne est menée. Une analyse qualitative à l'échelle locale est ensuite proposée par le biais de la visualisation des champs de déformations 3D des échantillons. Enfin, les hétérogénéités du champ de déformation sont analysées plus quantitativement au moyen de profils des déformations selon les directions radiale et tangentielle.

2. Analyse à l'échelle globale

2.1. Rappel du cycle de sorption

Les échantillons étudiés dans ce chapitre sont ceux de la série B, comprenant trois échantillons de bois initial (BI1, BI2, BI3), trois échantillons de bois final (BF1, BF2, BF3) et un échantillon d'un cerne (C1). Pour étudier leur comportement hygromécanique, ces échantillons sont imagés par µTRX lorsqu'ils sont équilibrés à différentes humidités relatives (protocole dans le Chapitre 5). Un cycle complet d'humidification-séchage dans tout le domaine hygroscopique est effectué. La première image acquise est à 44% HR. Le cycle est ensuite composé de trois phases : (a) une première phase d'humidification à partir de 44% HR, (b) une phase de séchage entre 97% HR et 2% HR et (c) une seconde humidification de 2% HR jusqu'à 44% HR pour clôturer le cycle. Les étapes du cycle de sorption, associées à une acquisition d'image, sont illustrées par les isothermes de sorption des échantillons (Figure 6.1). A partir de ces images, une analyse par DVC est effectuée pour mesurer les déformations globales et locales. L'image de référence pour ces mesures est l'image à 2% HR (fin de la phase de séchage) afin d'obtenir des déformations exprimées par rapport à l'état étudié le plus sec. L'analyse de DVC est menée pour toutes les étapes du cycle pour les échantillons BI2, BF2 et C1, et uniquement pour les étapes 44%HR (a), 97% HR (a), 44% HR (b) et 44% HR (c) pour les échantillons BI1, BI3, BF1 et BF3.

Les isothermes de sorption expriment la relation entre la teneur en eau à l'équilibre des échantillons et l'humidité relative à laquelle ils se trouvent. Dans le cas du bois initial et du bois final, les isothermes de sorption des trois échantillons appariés sont très proches. Une différence entre les isothermes du bois initial, du bois final et du cerne est présente. En revanche, pour une humidité relative donnée, les teneurs en eau sont plus faibles dans le bois initial, intermédiaires dans le bois final et plus élevées dans le cerne. Cet écart peut être lié à des différences de propriétés de sorption, mais aussi aux conditions expérimentales qui pourraient être légèrement différentes entre les trois échantillons. Ces écarts seront pris en compte dans la discussion lorsque des comparaisons entre les trois types d'échantillons auront lieu.

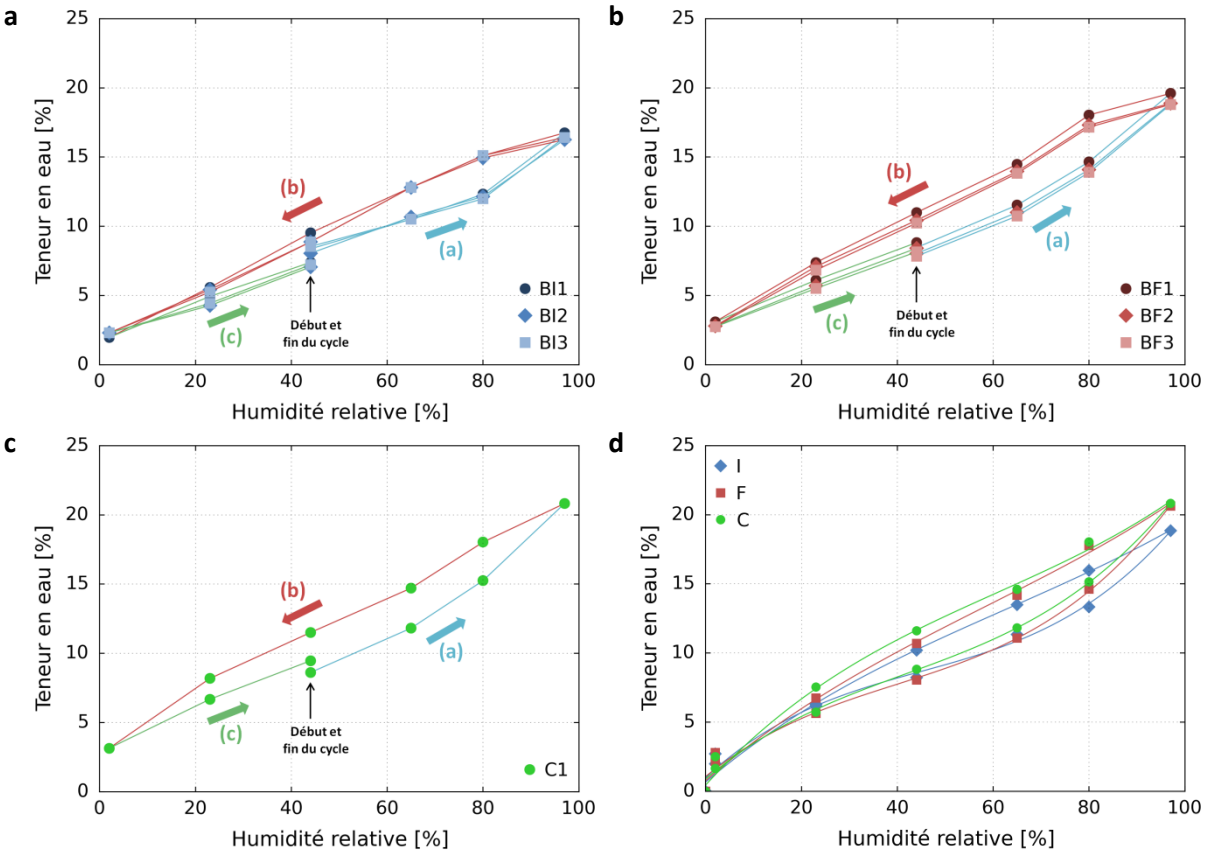


Figure 6.1 – Etapes du cycle de sorption des échantillons imagés par microtomographie aux rayons X. (a) Bois initial. (b) Bois final. (c) Cerne. (d) Isothermes de sorption du bois initial, du bois final (moyenne des trois échantillons) et du cerne superposées.

2.2. Validation des mesures DVC par confrontation aux mesures globales

Une comparaison entre les mesures de déformations par DVC et les déformations macroscopiques mesurées avec un comparateur (méthode décrite dans le Chapitre 2) est tout d'abord proposée. A noter que la teneur en eau pour un même échantillon peut être différente lors des mesures par DVC ou avec le comparateur du fait du protocole expérimental. De plus, pour la DVC, il s'agit de la déformation moyenne sur toute la zone d'analyse, occupant quasiment tout le volume des échantillons, à l'exception d'une fine couche proche des surfaces externes. Il est rappelé que les incertitudes sur les mesures des déformations globales par DVC sont d'environ 3.10^{-4} % pour les composantes transverses et 3.10^{-3} % pour la composante longitudinale.

Les relations entre les déformations volumiques mesurées avec un comparateur et celles mesurées par DVC sont tracées dans la Figure 6.2, où la totalité des points de mesure est reportée. Ces courbes mettent en évidence une bonne corrélation entre les deux méthodes, au regard des incertitudes de mesures des deux méthodes. Dans le cas du bois initial et du bois final, les trois échantillons appariés suivent la même régression linéaire, ce qui justifie la reproductibilité de cette relation. Un écart important entre les deux méthodes est toutefois observé dans le bois initial pour les points correspondants à la première étape du cycle à 44% HR (entourés en rouge sur la Figure 6.2a). L'origine de cet écart reste encore inconnue à ce jour. L'écart observé à 97% HR pour l'échantillon BI1 pourrait être expliqué par la différence de teneur en eau entre les mesures faites avec le comparateur (20,11%) et avec la DVC (16,75%). Cette différence n'est pas tant marquée pour les autres échantillons (écart maximum de 1,75%).

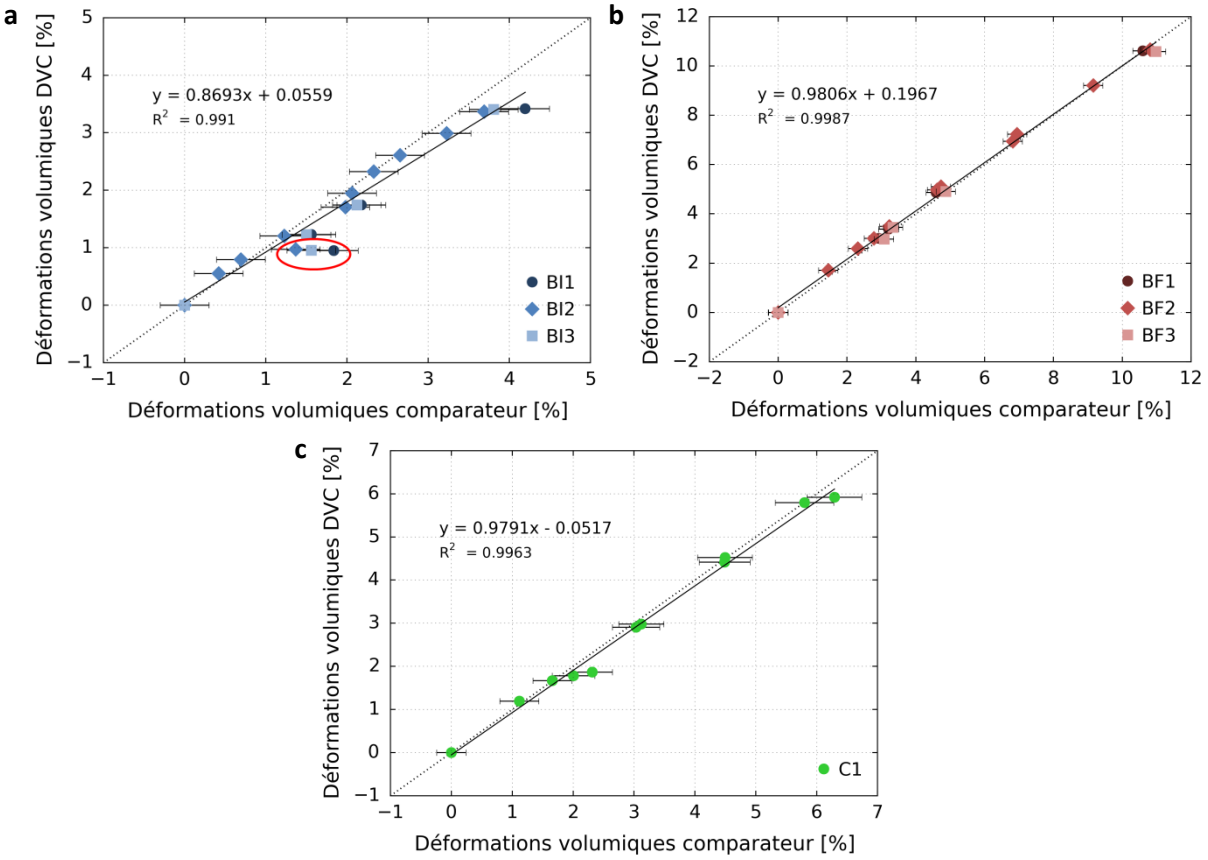


Figure 6.2 – Relation entre les déformations volumiques mesurées avec un comparateur et celles mesurées par DVC. (a) Bois initial. (b) Bois final. (c) Cerne. Les points entourés en rouge (bois initial à 44% HR du cycle a) ont été enlevés de la courbe de tendance.

Par ailleurs, les relations entre les déformations volumiques et l'humidité relative sont tracées pour les échantillons BI2, BF2 et C1 afin de visualiser les écarts entre les deux méthodes à chaque étape du cycle (Figure 6.3). Les courbes obtenues par les deux méthodes de mesure ont une allure similaire. Les moyennes des écarts absolus sont données dans le Tableau 6.1 pour les déformations volumiques et les déformations radiales, tangentielles et longitudinales (obtenues par diagonalisation dans le cas de la DVC). Différentes origines pourraient expliquer ces écarts : différence de teneur en eau au moment des mesures avec un comparateur et par DVC, surestimation des déformations radiale du comparateur liée à la courbure des échantillons (voir Chapitre 7), ou encore désorientation des directions de l'échantillon par rapport aux directions principales du bois.

Enfin, concernant le cerne, le comportement hygromécanique de deux échantillons supplémentaires, C2 et C3, a été étudié avec un comparateur pour s'assurer que les mesures sont reproductibles. La Figure 6.3d représente l'évolution des déformations volumiques des trois cernes en fonction de la teneur en eau. Un comportement comparable des trois échantillons est observé. Les différences de teneur en eau sont surtout notées aux plus hautes humidités relatives.

Ainsi, cette comparaison montre que les deux techniques de mesure donnent des résultats très proches. Elle permet donc de valider les mesures globales effectuées avec la DVC et avec le comparateur. De plus, le comportement hygromécanique du cerne C1 semble représentatif lorsqu'il est comparé à deux autres cernes prélevés à proximité.

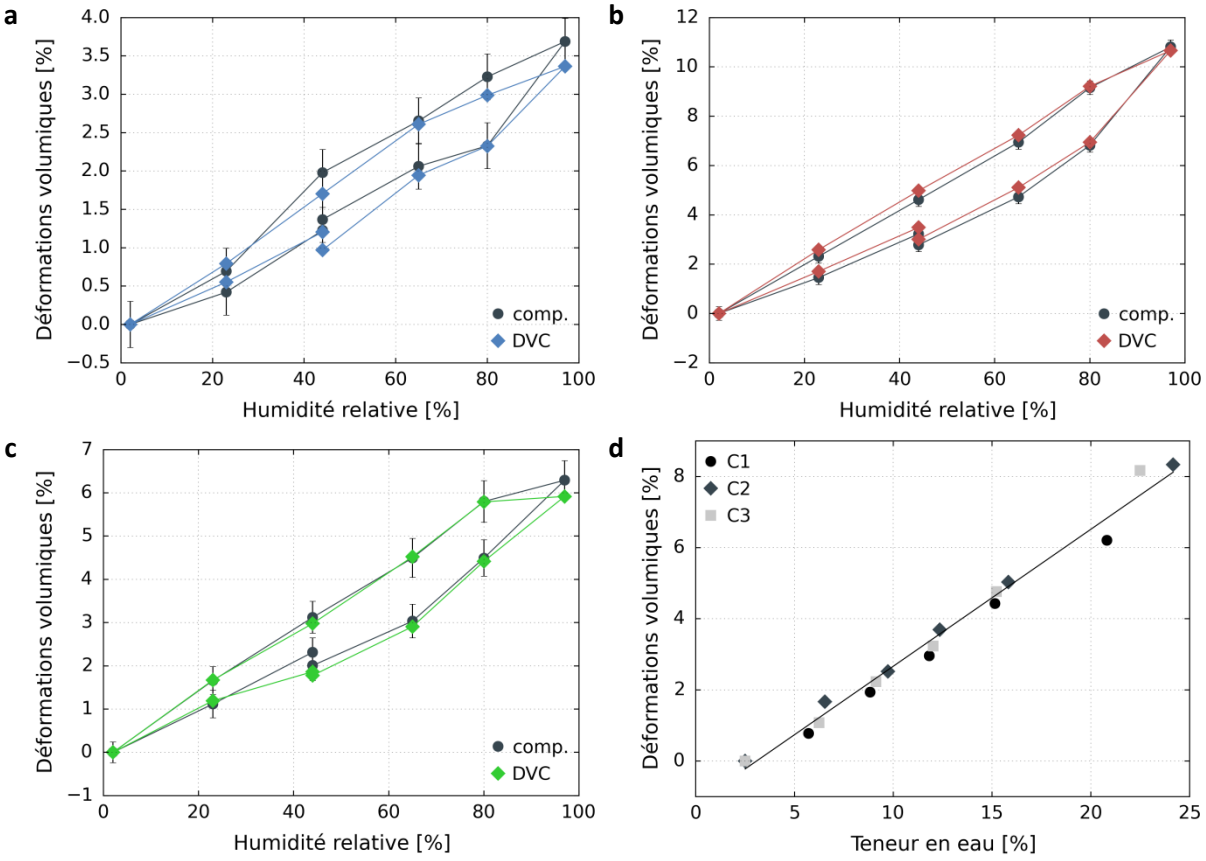


Figure 6.3 – Evolution des déformations volumiques mesurées par DVC et un comparateur avec l'humidité relative. (a) Bois initial (BI2). (b) Bois final (BF2). (c) Cerne (C1). (d) Relation entre les déformations volumiques mesurées avec un comparateur et la teneur en eau de trois cernes.

Tableau 6.1 – Ecarts absolus moyens entre les déformations mesurées avec le comparateur et avec la DVC.

	$\lvert\Delta\varepsilon_R\rvert$ (%)	$\lvert\Delta\varepsilon_T\rvert$ (%)	$\lvert\Delta\varepsilon_L\rvert$ (%)	$\lvert\Delta\varepsilon_V\rvert$ (%)
Bois initial	0,07	0,15	0,12	0,21
Bois final	0,19	0,15	0,03	0,17
Cerne	0,22	0,23	0,07	0,14

2.3. Comportement hygromécanique

Les déformations hygromécaniques du bois initial, du bois final et du cerne sont tout d'abord analysées entre les états à 2% HR (cycle b) et 97 %HR (cycle a) (Tableau 6.2). Pour le bois initial et le

bois final, les valeurs présentées sont les moyennes et les écart-types des déformations des trois échantillons appariés.

Comme observé dans le Chapitre 2, le bois final se déforme plus que le bois initial, avec des déformations volumiques 3,1 fois plus élevées. Dans les directions radiales et tangentielles, le bois final se déforme 5,8 et 2,5 fois plus que le bois initial. De plus, dans le plan transverse, le bois initial présente un comportement très anisotrope par rapport au bois final, qui est quasiment isotrope. Leurs ratios T/R respectifs sont en effet de 2,5 et 1,1. Enfin, les déformations longitudinales sont plus élevées dans le bois initial que dans le bois final dont la valeur est difficilement interprétable compte tenu des incertitudes liées au grandissement qui sont de l'ordre de 0,01% (voir Chapitre 5). Souvent non mesurée dans la littérature, il est donc intéressant de confirmer, à la fois avec la DVC et avec les mesures macroscopiques avec un comparateur, que cette composante n'est pas négligeable dans le bois initial. Ce résultat est pertinent vis à vis des observations réalisées dès les années 1930 [53] [55] comme explicité dans le Chapitre 1. La différence entre le bois initial et le bois final est quant à elle en accord avec les théories qui associent l'augmentation des déformations longitudinales avec l'AMF [56], puisque, comme l'ont montrées les mesures de DRX (Chapitre 2), l'AMF du bois initial est plus élevé que celui du bois final.

En outre, comme attendu, le cerne présente un comportement intermédiaire entre ceux du bois initial et du bois final. Une discussion plus quantitative sera proposée dans le chapitre suivant dont l'objectif est d'étudier les interactions entre le bois initial et le bois final.

Tableau 6.2 – Moyennes (μ) et écart-types (σ) des déformations globales des échantillons de bois initial, bois final et cerne mesurées par DVC entre 2 et 97% HR.

		ε_R [%]	ε_T [%]	ε_L [%]	ε_V [%]	$\varepsilon_T/\varepsilon_R$ [-]
Bois initial	**μ**	0,89	2,22	0,28	3,39	2,50
	σ	*0,02*	*0,04*	*0,03*	*0,02*	*0,03*
Bois final	**μ**	5,13	5,49	-0,01	10,62	1,07
	σ	*0,07*	*0,06*	*0,01*	*0,03*	*0,02*
Cerne		2,35	3,55	0,01	5,92	1,51

2.4. Relations déformations - teneur en eau

L'évolution des déformations avec la teneur en eau est à présent analysée dans tout le domaine hygroscopique, au cours de l'adsorption et de la désorption (ensemble du cycle). L'étude est effectuée pour les échantillons BI2, BF2 et C1 pour lesquels toutes les étapes du cycle ont été traitées par DVC.

Déformations volumiques

Comme observé dans le Chapitre 2, les déformations volumiques évoluent linéairement avec la teneur en eau en conditions d'adsorption (Figure 6.4). La même tendance linéaire est aussi constatée au cours de la désorption. La pente de la courbe de tendance – correspondant au coefficient d'hygro-expansion volumique – est plus grande pour le bois final (0,65%/%) que pour le bois initial (0,23%/%), et intermédiaire pour le cerne (0,37%/%).

Déformations transversales

De la même manière, ces relations sont tracées pour les déformations radiales (Figure 6.5) et tangentielles (Figure 6.6). Une évolution linéaire des déformations radiales et des déformations tangentielles avec la teneur en eau est mise en évidence au cours de l'adsorption et de la désorption. Comme attendu, les coefficients d'hygroexpansion radiaux et tangentiels sont plus élevés dans le bois final que dans le bois initial et ceux du cerne sont intermédiaires. On remarque aussi que l'hystérésis des déformations radiales et tangentielles est supprimée lorsqu'elles sont exprimées par rapport à la teneur en eau.

Anisotropie dans le plan transverse

Par ailleurs, une évolution de l'anisotropie dans le plan transverse du bois initial, quantifiée par son ratio T/R, est aussi observée au cours de l'adsorption, progressant de 1,5 à 2,5. Au cours de la désorption, l'anisotropie évolue peu aux hautes teneurs en eau puis diminue fortement à partir d'une teneur en eau d'environ 5%. Dans le bois final, le ratio T/R varie très peu avec la teneur en eau. Les incertitudes de mesure sur le ratio T/R (Chapitre 5) confirment la présence de ces évolutions. Alors que les déformations radiales et tangentielles semblaient, dans ce chapitre, évoluer de manière linéaire avec la teneur en eau, l'évolution du ratio T/R dans le bois initial semble indiquer la présence d'une non-linéarité de ces relations. L'incertitude sur la teneur en eau pourrait donc empêcher d'observer ces non-linéarités. Pour s'affranchir de cette incertitude, la relation entre les déformations tangentielles et les déformations radiales est tracée pour le bois initial et le bois final (Figure 6.7d). Alors que cette relation est conservée dans tout le domaine hygroscopique pour le bois final, indiquant un ratio T/R constant, une non-linéarité est observée pour le bois initial. Ce résultat irait donc dans le sens des travaux de Keylwerth (1962) [44] et des observations expérimentales réalisées dans le Chapitre 2, qui ont montré que les évolutions des déformations radiales et tangentielles avec la teneur en eau présentaient une légère non-linéarité. Ce résultat semble n'être observé que pour le bois initial, pour lequel son anisotropie transverse augmente avec la teneur en eau, alors que le bois final conserve son isotropie transverse dans tout le domaine hygroscopique. Enfin, dans le cas du cerne, le ratio T/R augmente légèrement avec la teneur en eau, passant de 1,3 à 1,5 entre 2 et 97% HR, mais l'analyse est plus difficile car il est constitué à la fois de bois initial et de bois final, et que des effets de couplage pourraient également influencer ces résultats. Une analyse plus détaillée, effectuée à une échelle plus locale, est proposée dans la suite de ce chapitre.

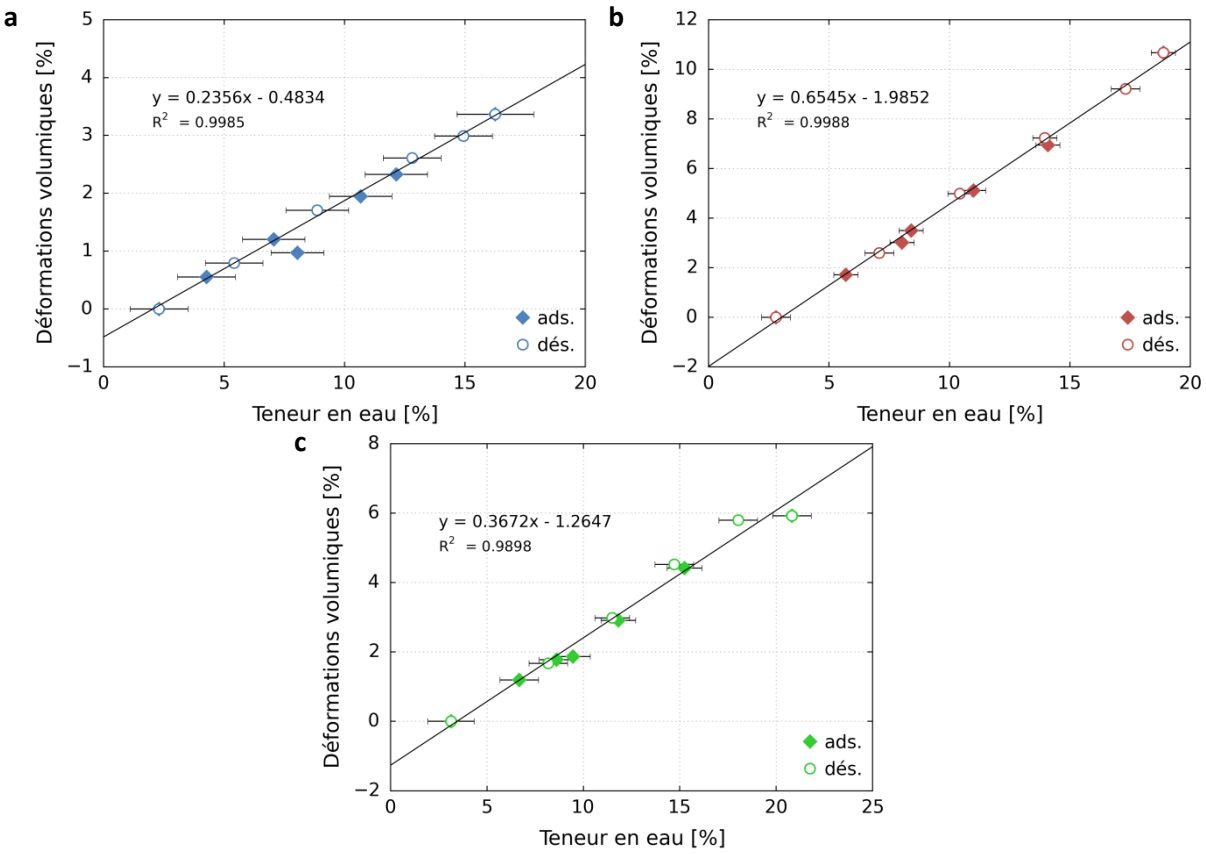


Figure 6.4 – Relation entre les déformations volumiques (référence : 2% HR) mesurées par DVC et la teneur en eau en conditions d'adsorption (ads.) et de désorption (dés.). (a) Bois initial (BI2). (b) Bois final (BF2). (c) Cerne (C1).

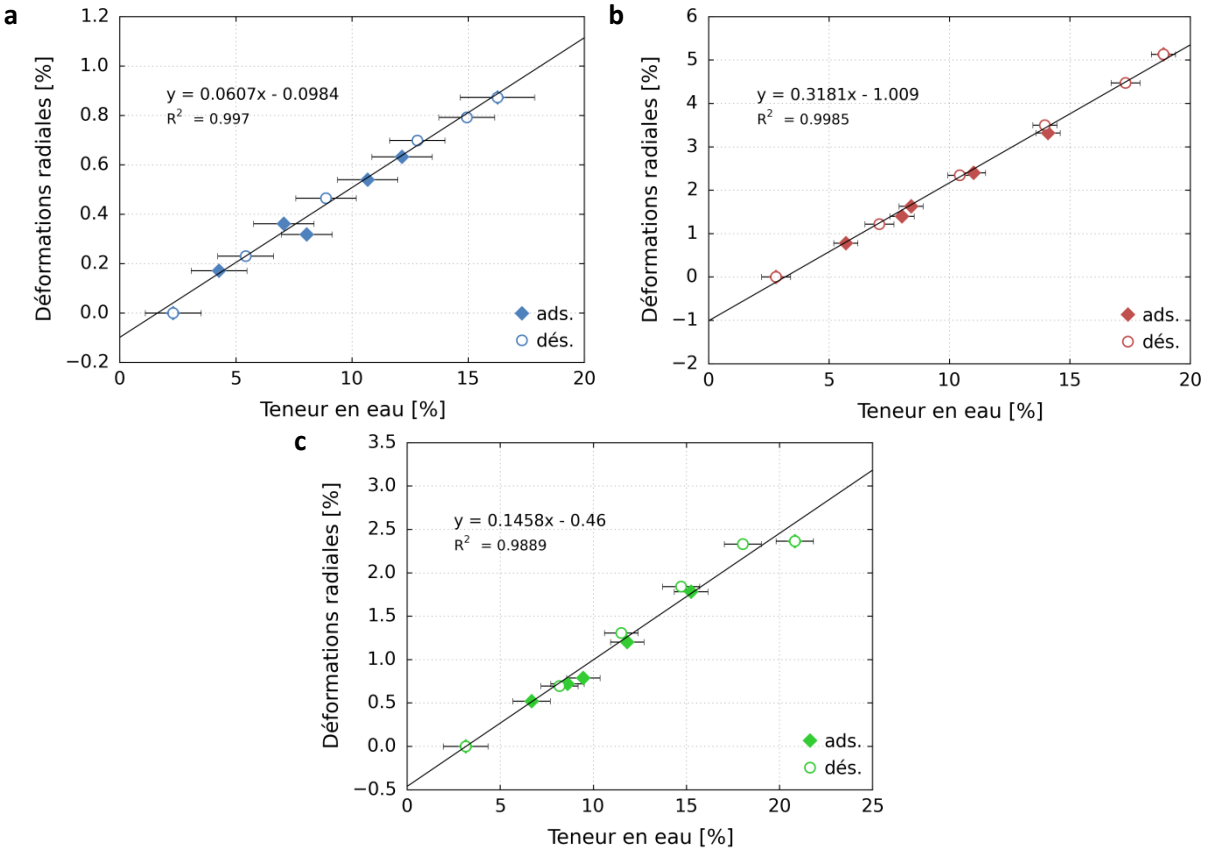


Figure 6.5 – Relation entre les déformations radiales (référence : 2% HR) mesurées par DVC et la teneur en eau en conditions d'adsorption (ads.) et de désorption (dés.). (a) Bois initial (BI2). (b) Bois final (BF2). (c) Cerne (C1).

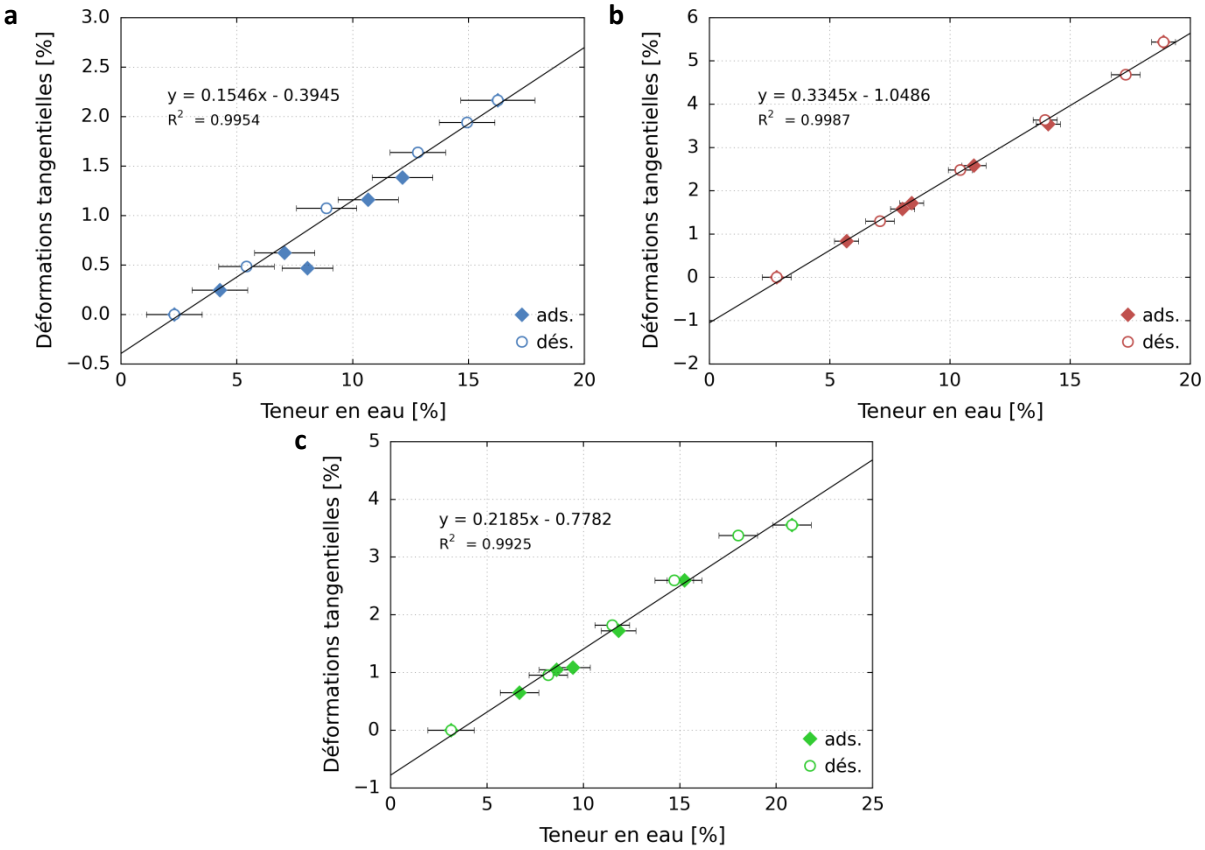


Figure 6.6 – Relation entre les déformations tangentielles (référence : 2% HR) mesurées par DVC et la teneur en eau en conditions d'adsorption (ads.) et de désorption (dés.). (a) Bois initial (BI2). (b) Bois final (BF2). (c) Cerne (C1).

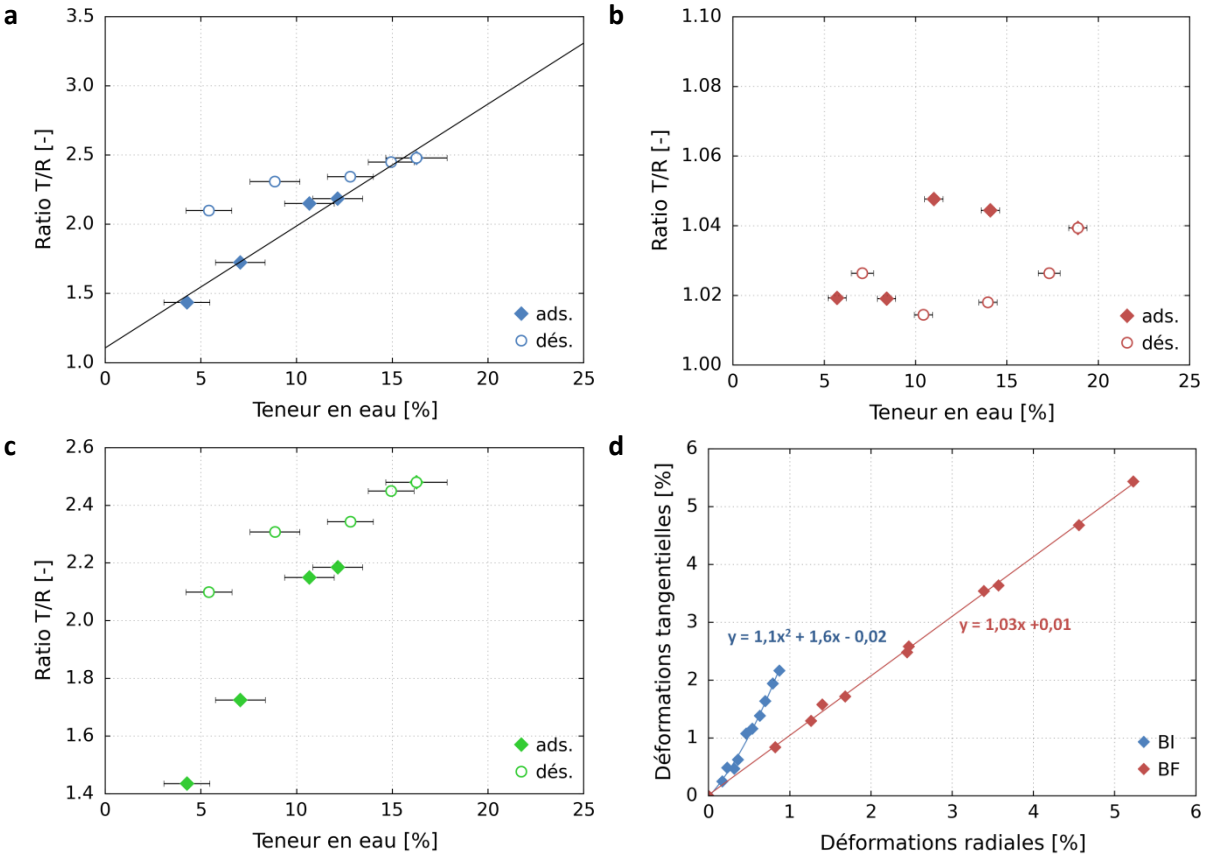


Figure 6.7 – Evolution du ratio T/R en fonction de la teneur en eau à l'équilibre en conditions d'adsorption (ads.) et de désorption (dés.). (a) Bois initial (BI2). (b) Bois final (BF2). (c) Cerne (C1). (d) Relations entre les déformations tangentielles et les déformations radiales pour le bois initial (BI2) et le bois final (BF2).

Déformations longitudinales

Enfin, une relation non linéaire entre les déformations longitudinales et la teneur en eau est constatée (Figure 6.8). Les mesures dans cette direction doivent cependant être prises avec précaution pour le bois final et le cerne dont le niveau de déformations longitudinales est de l'ordre ou inférieur à 0,1%. Pour le bois initial, dont le niveau de déformation est plus élevé, le phénomène de saturation aux hautes teneurs en eau au cours de l'adsorption est de nouveau observé, comme dans le Chapitre 2. Au cours de la désorption, les déformations mesurées par DVC sont quasiment linéaires avec la teneur en eau. Ainsi, une hystérésis en fonction de la teneur en eau est mise en évidence. Cette observation est similaire à celles de Meylan (1972) [60] et Hunt (1990) [62] qui avaient tous les deux montré ce phénomène pour les déformations longitudinales.

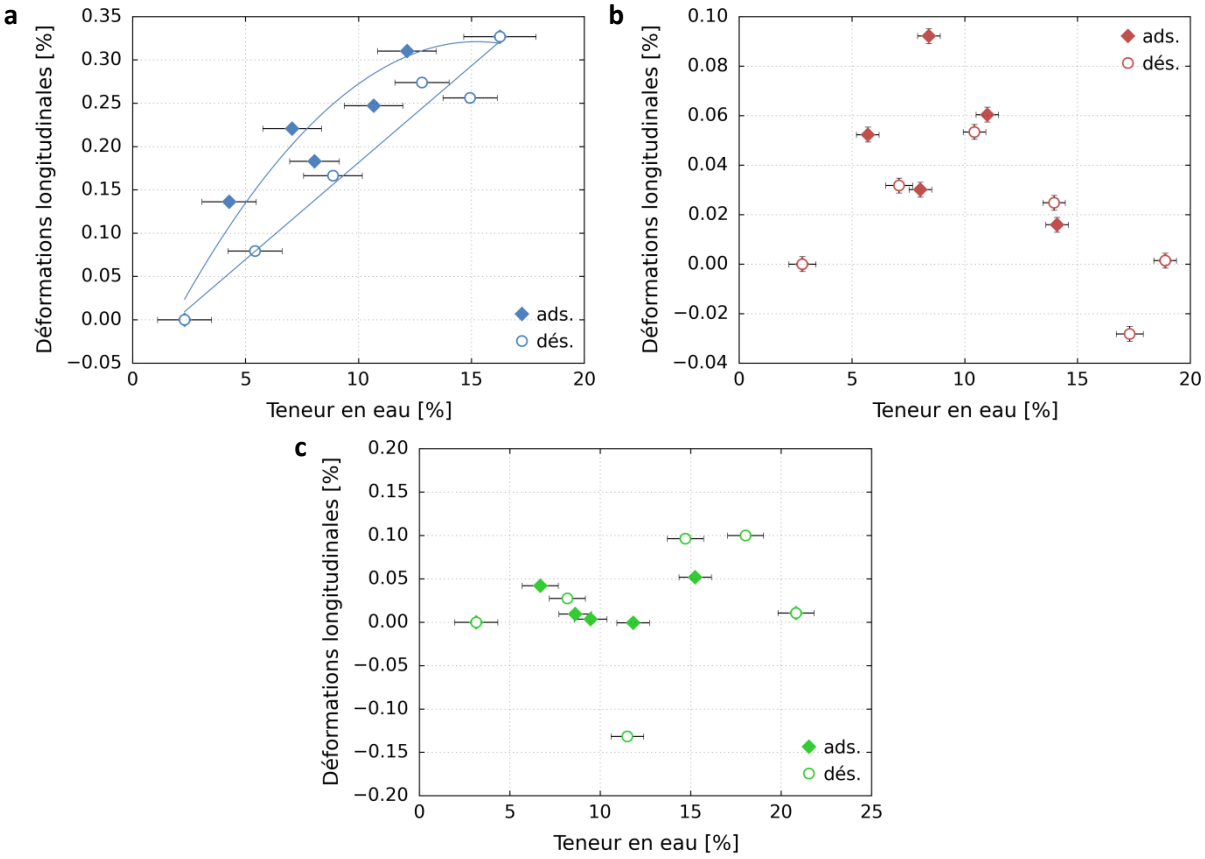


Figure 6.8 – Relation entre les déformations longitudinales (référence : 2% HR) mesurées par DVC et la teneur en eau en conditions d'adsorption (ads.) et de désorption (dés.). (a) Bois initial (BI2). (b) Bois final (BF2). (c) Cerne (C1).

3. Analyse à l'échelle locale

Dans cette partie, les comportements hygromécaniques du bois initial, du bois final et du cerne sont étudiés à la plus petite échelle de mesure (correspondant à 160 µm, pas de la grille de points de corrélation et taille des éléments finis utilisés pour le calcul des éléments finis), à travers la visualisation

des champs de déformation induits par une variation hydrique de 2 à 97% HR. On rappelle que dans ces conditions, les erreurs de la mesure des déformations par DVC sont estimées à environ ±0,1% pour les composantes transverses et ±2% pour la composante longitudinale (voir Chapitre 5).

3.1. Déformations transversales

Le champ des déformations transversales $\varepsilon_R + \varepsilon_T$ est tout d'abord présenté (Figure 6.9) à la place du champ des déformations volumiques, beaucoup plus bruité à cause de la mauvaise qualité de la mesure des déformations longitudinales. Celles-ci étant faibles au regard des déformations radiales et tangentielles, le champ des déformations transversales est une bonne approximation du champ des déformations volumiques.

Ces mesures mettent en évidence non seulement la différence d'amplitude des déformations transversales entre le bois initial et le bois final, avec des déformations locales variant entre environ 5% et plus de 15%, mais aussi une hétérogénéité locale des champs de déformation (Figure 6.9). Dans le bois final, un fort gradient des déformations transversales apparaît dans la direction radiale. Cette hétérogénéité est constatée sur les trois couples d'échantillons de bois initial et de bois final, montrant ainsi la reproductibilité de ce résultat. L'hétérogénéité des déformations dans le bois final est aussi plus prononcée que l'écart des déformations moyennes entre le bois initial et le bois final. Un gradient radial est aussi présent dans le bois initial mais est beaucoup moins prononcé.

Par ailleurs, le champ des déformations transversales dans le cerne montre aussi la présence d'un gradient dans la direction radiale. Ainsi, les déformations transversales augmentent progressivement de la phase de bois initial vers la phase de bois final. Dans la phase de bois initial, le gradient semble moins prononcé que dans la phase de bois final. Enfin, les déformations transversales à l'extrémité du cerne ne sont pas aussi élevées que dans les échantillons de bois final isolés.

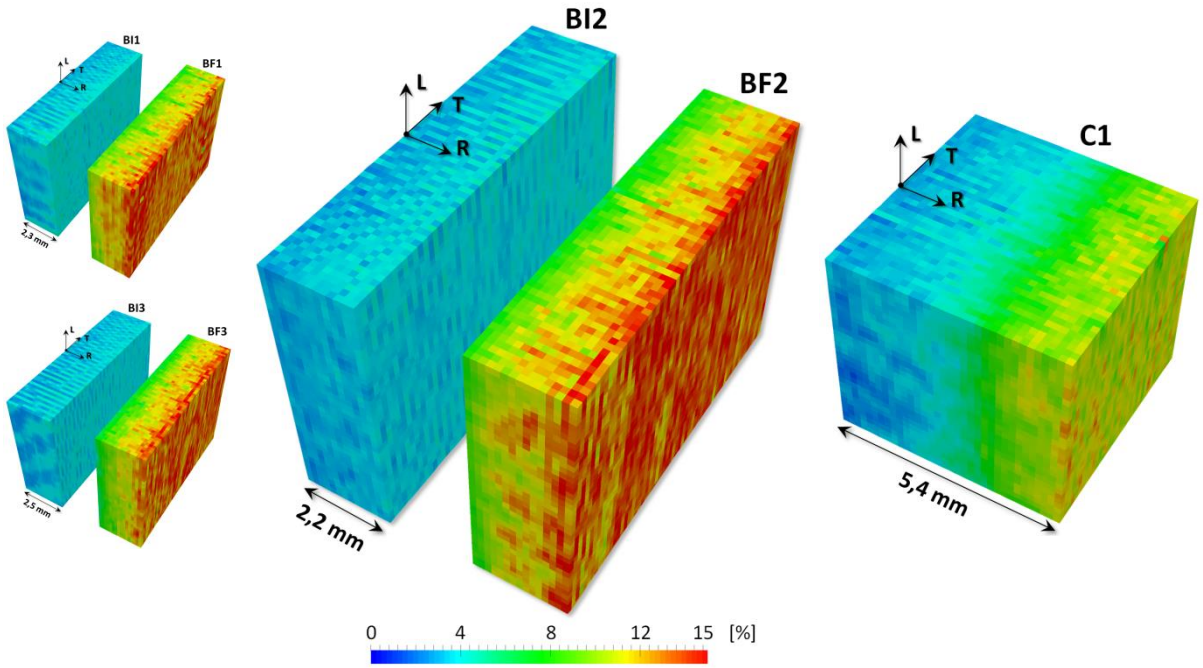


Figure 6.9 – Champs 3D des déformations transversales ($\varepsilon_R+\varepsilon_T$) entre 2 et 97% HR dans le bois initial (BI), le bois final (BF) et le cerne (C). Eléments cubiques de 20 voxels (160 µm). L'échelle des échantillons BI2, BF2 et c1 est identique.

3.2. Déformations radiales

Les champs des déformations radiales et tangentielles sont maintenant présentés séparément pour préciser les hétérogénéités spécifiques à ces deux composantes.

La Figure 6.10 représente les champs des déformations radiales. Ces résultats confirment la différence d'amplitude des déformations radiales entre le bois initial et le bois final mises en évidence avec les mesures globales. Ainsi, dans le bois initial, les déformations radiales valent environ 1% alors que dans le bois final, elles peuvent aller jusqu'à 8%. De plus, le champ de déformation est beaucoup plus homogène dans le bois initial que dans le bois final où un fort gradient radial est observé, évoluant d'environ 2 à 8% d'un côté à l'autre de l'échantillon. Ce gradient est particulièrement prononcé à la fin du cerne et plus marqué que dans le champ des déformations transversales. De nouveau, les trois couples d'échantillons de bois initial et de bois final présentent des champs de déformation de même allure.

Enfin, dans le cerne, une augmentation des déformations dans la direction radiale est observée. La transition du bois initial vers le bois final est assez localisée et brutale.

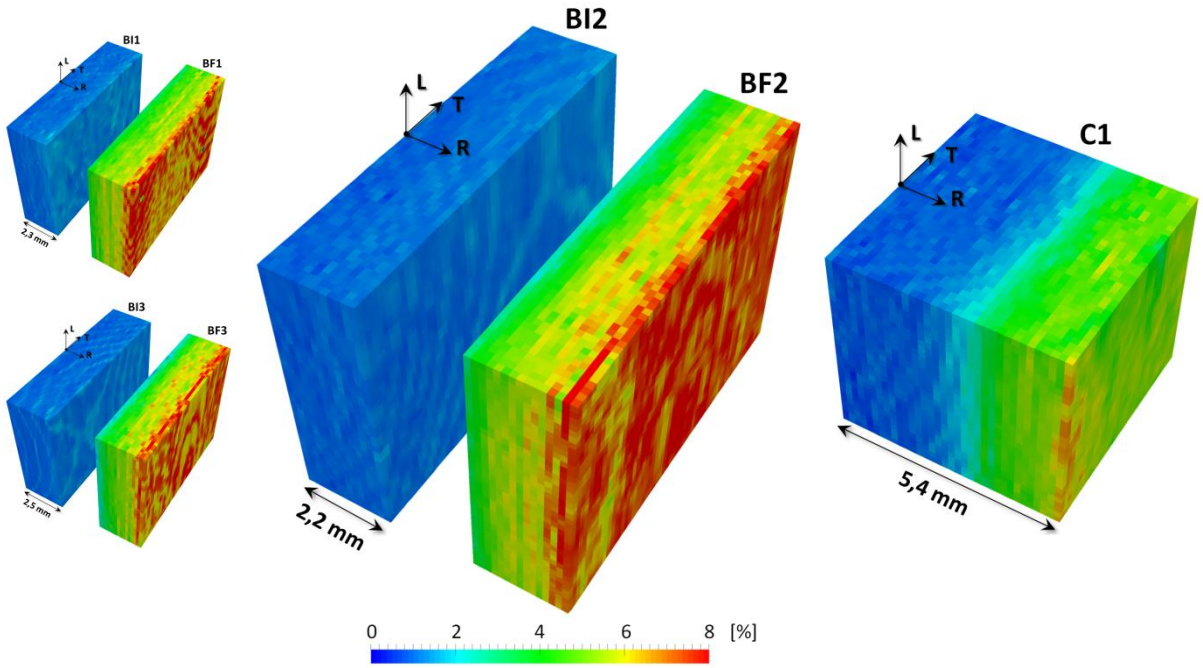


Figure 6.10 – Champs 3D des déformations radiales ε_R entre 2 et 97% HR dans le bois initial (BI), le bois final (BF) et le cerne (C). Eléments cubiques de 20 voxels (160 µm). L'échelle des échantillons BI2, BF2 et c1 est identique.

3.3. Déformations tangentielles

Enfin, le champ des déformations tangentielles est présenté dans la Figure 6.11. Comme montré à travers les mesures macroscopiques, les déformations tangentielles du bois initial (2,2% en moyenne) sont inférieures à celles du bois final (5,5% en moyenne). Un gradient radial des déformations tangentielles est observé dans le bois final, toutefois moins prononcé que pour les déformations radiales. Ce gradient apparaît aussi dans le bois initial mais est moins marqué. Dans le cerne, une transition du bois initial vers le bois final apparaît, beaucoup plus progressive que pour les déformations radiales.

Par ailleurs, dans les trois types d'échantillon, les déformations tangentielles fluctuent beaucoup plus que les déformations radiales, en particulier dans la direction tangentielle où une alternance de

bandes radiales irrégulièrement espacées semble apparaître. Ces fluctuations sont présentes sur les trois échantillons de bois initial et de bois final et semblent donc refléter un phénomène physique et non un artefact de mesure. Leur amplitude est largement supérieure à l'erreur de mesure.

Enfin, on remarque que les gradients selon la direction longitudinale sont en règle générale peu marqués pour la composante ε_R, mais notables pour la composante ε_T.

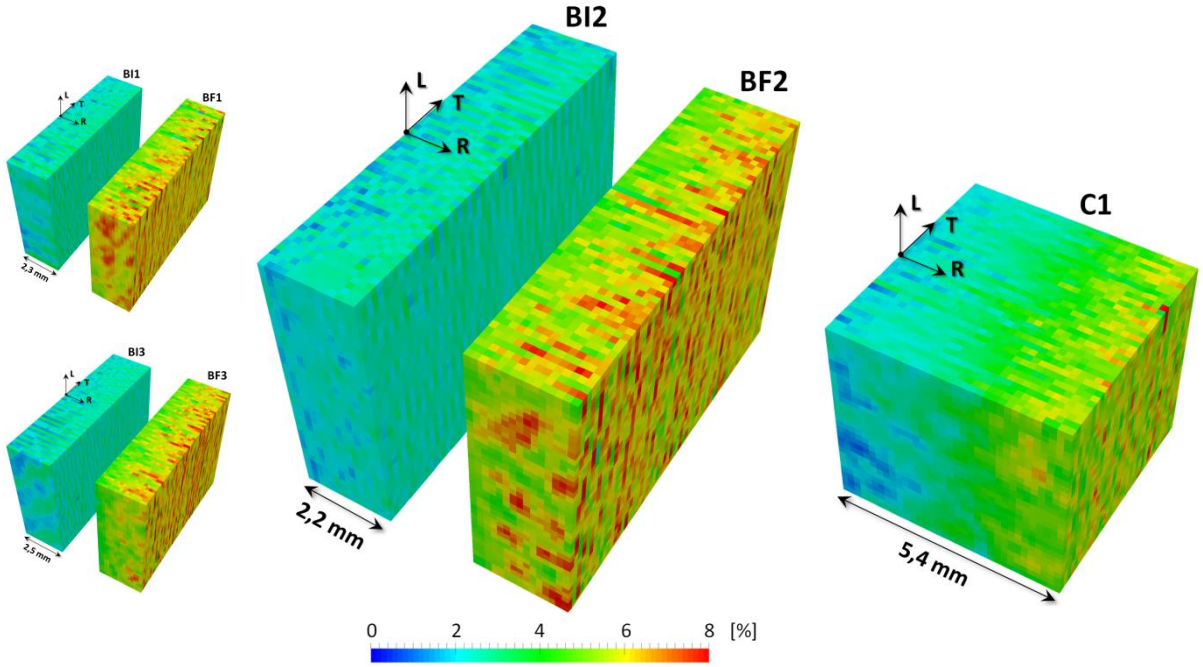


Figure 6.11 – Champs 3D des déformations tangentielles εT entre 2 et 97% HR dans le bois initial (BI), le bois final (BF) et le cerne (C). Eléments cubiques de 20 voxels (160 µm). L'échelle des échantillons BI2, BF2 et c1 est identique.

Ainsi, les champs de déformations mettent en évidence une hétérogénéité radiale des déformations hygromécaniques dans les constituants du cerne, beaucoup plus marquée dans le bois final que dans le bois initial. Comme attendu, le cerne a aussi un comportement hétérogène avec la présence d'une transition progressive du bois initial vers le bois final. Par ailleurs, dans les trois types d'échantillon, les déformations tangentielles locales fluctuent beaucoup plus que les déformations radiales, notamment selon la direction tangentielle. Sur la base de ces observations, la partie suivante vise à quantifier plus précisément ces hétérogénéités en étudiant les profils radial et tangentiel des champs de déformation. L'évolution de ces profils avec la teneur en eau est aussi analysée.

4. Analyse quantitative des hétérogénéités

4.1. Hétérogénéité radiale

Les champs de déformation mettent en évidence un gradient radial des déformations radiales et tangentielles, plus prononcé dans le bois final et dans le cerne que dans le bois initial, dont les déformations radiales sont quasiment homogènes. Pour analyser et quantifier cette hétérogénéité radiale, l'évolution des déformations dans la direction radiale est analysée. Les déformations locales sont moyennées par tranches de normale R et d'épaisseur 20 voxels (160 µm) correspondant à la taille

d'un élément. Ce moyennage, explicité dans le Chapitre 5, permet de réduire les incertitudes et de lisser les fluctuations selon les directions tangentielles et longitudinales. La composante longitudinale est cette fois-ci présentée car une telle procédure permet d'interpréter les évolutions au sein des échantillons au regard de l'ordre de grandeur des erreurs de mesure, qui sont, à cette échelle, d'environ 5.10^{-3}%, 1.10^{-3}% et 9.10^{-3}% pour les composantes radiales, tangentielles et longitudinales respectivement.

4.1.1. Analyse entre 2 et 97% HR

Les évolutions radiales des déformations principales entre 2 et 97% HR sont tout d'abord présentées pour les échantillons BI2, BF2 et C1. Les profils des trois déformations principales sont superposés sur le même graphique pour mettre en évidence leurs allures différentes (Figure 6.13).

Déformations radiales

Tout d'abord, la relative homogénéité des déformations radiales du bois initial par rapport au bois final et au cerne est mise en évidence sur ces profils. Pour quantifier l'intensité du gradient radial, la différence de déformations entre les deux extrémités de l'échantillon est calculée. Ainsi, dans l'échantillon BI2, ce différentiel est de 0,2% alors qu'il est de 4,8% et 4,4% dans les échantillons BF2 et C1 respectivement. On note néanmoins la présence d'un très léger gradient dans le bois initial avec des oscillations locales.

L'hétérogénéité des déformations radiales pourrait être le marqueur d'une hétérogénéité de la structure interne des échantillons. En effet, le cerne peut être vu comme un matériau multicouche dans la direction radiale (*a minima* bicouche avec, comme constituants, le bois initial et le bois final) (Figure 6.12).

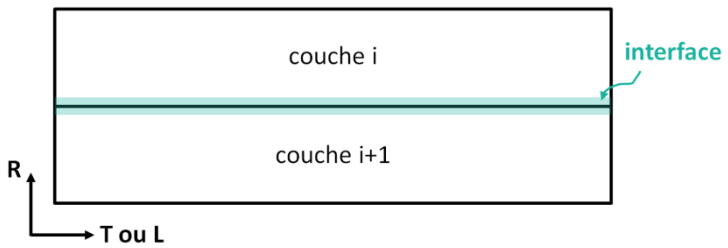


Figure 6.12 – Représentation schématique de deux couches adajacentes du cerne.

Pour assurer la compatibilité des déformations entre les couches adjacentes, les conditions suivantes, pour les déformations tangentielles et longitudinales, doivent être remplies **à l'interface entre une couche i et une couche i+1 adjacentes** :

$$\varepsilon_T^{\,i} = \varepsilon_T^{\,i+1} \quad (6.1)$$

$$\varepsilon_L^{\,i} = \varepsilon_L^{\,i+1} \quad (6.2)$$

Cette condition n'existe pas pour les déformations radiales où une discontinuité du déplacement peut exister dans cette direction. Chaque couche devrait donc être libre de se déformer radialement (disposition en série). D'après les profils, le bois initial serait ainsi assez homogène alors que le bois final présenterait déjà une forte hétérogénéité de sa structure interne.

Ainsi, une représentation du bois comme un assemblage de deux matériaux homogènes est ainsi une vision trop simpliste de la réalité. La forte évolution radiale des déformations au sein du cerne confirme quant à elle la forte hétérogénéité à laquelle on s'attendait. Ces observations amènent donc

à se demander si ces hétérogénéités radiales pourraient être liées à la structure interne du bois. Cette question sera abordée dans le chapitre 7 où les relations densité-déformations seront analysées à l'échelle locale.

Déformations tangentielles

Un gradient radial des déformations tangentielles est aussi observé, présent cette fois-ci clairement dans les trois types d'échantillon, et dont les différentiels respectifs sont 0,6%, 1,4% et 3,6% pour BI2, BF2 et C1. Un gradient radial est ainsi observé dans le bois initial contrairement aux déformations radiales. Dans le cas du bois final et du cerne, ce gradient est moins prononcé que pour les déformations radiales. De plus, les profils radiaux des déformations tangentielles sont beaucoup plus lisses que ceux des déformations radiales. Ils sont même quasiment linéaires dans le bois initial et le bois final, avec des pentes de 0,3%/mm et 0,6%/mm respectivement. Cette linéarité n'est pas observée dans le cerne même si le profil est beaucoup plus lisse que le profil des déformations radiales.

Si l'on reprend le modèle multicouche, les couches successives doivent se suivre mutuellement pour assurer la compatibilité des déformations tangentielles (disposition en parallèle). La linéarité des profils $\varepsilon_T(R)$ permettrait alors d'assurer la compatibilité entre les couches voisines, qui ne veulent pas se déformer de la même manière dans la direction tangentielle. Ces allures nous font aussi suspecter que des interactions mécaniques pourraient être présentes au sein même des échantillons, qui seront l'objet des Chapitres 7 et 8. Si de telles interactions étaient présentes, cela signifierait que les déformations mesurées comprennent à la fois les déformations hydriques $\boldsymbol{\varepsilon}^{\mathbf{h}}$, induites par la variation de teneur en eau Δw et reliées à la propriété coefficient de gonflement, et les déformations issues des interactions mécaniques $\boldsymbol{\varepsilon}^{\mathbf{m}}$:

$$\boldsymbol{\varepsilon} = \boldsymbol{\varepsilon}^{\mathbf{h}} + \boldsymbol{\varepsilon}^{\mathbf{m}} \tag{6.3}$$

A travers les mesures, ce ne serait donc pas un comportement libre qui est observé mais une réponse d'une structure à une variation hydrique. On préfèrera donc employer dans la suite de ce travail le terme de déformations hygromécaniques plutôt que déformations hydriques pour lesquelles les interactions sont nulles.

Anisotropie dans le plan transverse

Les différences entre les profils des déformations radiales et tangentielles montrent que le ratio d'anisotropie T/R évolue dans la direction radiale. En particulier, une inversion de l'anisotropie apparaît dans le bois final, évoluant de 1,81 (R = 0 mm) à 0,84 (R = 2,24 mm). Cette observation est en cohérence avec les travaux de Perré et al. (2007) [47] et Almeida et al. (2014) [52] qui ont montré que des échantillons prélevés dans la zone terminale du cerne présentaient une anisotropie RT inversée. L'isotropie transverse est observée au milieu de l'échantillon, entre 0,96 et 1,76 mm. Dans le bois initial, le ratio T/R est élevé et augmente légèrement dans la direction radiale, de 2,19 à 2,31. Dans le cerne, le côté bois initial présente une forte anisotropie transverse (2,36 à R = 0 mm). Cette anisotropie diminue progressivement dans la zone de transition jusqu'à ce que le ratio T/R soit très proche de 1 du côté du bois final (1,05 à R = 5,28 mm). L'anisotropie inversée n'est cependant pas observée à la fin du cerne, contrairement au bois final. Une différence de la position radiale du prélèvement dans le cerne entre ces échantillons pourrait expliquer cette distinction. Ce point sera discuté dans le Chapitre 7. L'interaction mécanique pourrait aussi y contribuer ; cela sera abordé dans le Chapitre 8.

Déformations longitudinales

Enfin, en ce qui concerne les déformations longitudinales, une légère diminution dans la direction radiale est présente dans l'échantillon BI2, passant de 0,5 à 0,3% d'une extrémité à l'autre de l'échantillon. Les déformations sont plus faibles du côté de la transition avec le bois final. Dans l'échantillon BF2, les déformations longitudinales varient peu et restent très faibles dans toute l'épaisseur de l'échantillon (en moyenne 0,1%). Dans le cerne, une diminution est observée, de 0,3% du côté du bois initial à -0,1% du côté du bois final.

Ces évolutions semblent cohérentes avec les connaissances actuelles sur les déformations longitudinales, plus faibles dans le bois final que dans le bois initial. La position verticale de ces profils est plus incertaine à cause de l'incertitude sur la variation de grandissement ΔG (voir Chapitre 5). Néanmoins, même en la prenant en compte, une différence notable entre les déformations longitudinales du bois initial et bois final est mesurée. Ainsi, l'allure de ces profils illustre, comme pour les déformations tangentielles, les problèmes de compatibilité des déformations longitudinales. Les déformations négatives observées dans le cerne pourraient par ailleurs être induites par des phénomènes de couplage complexes.

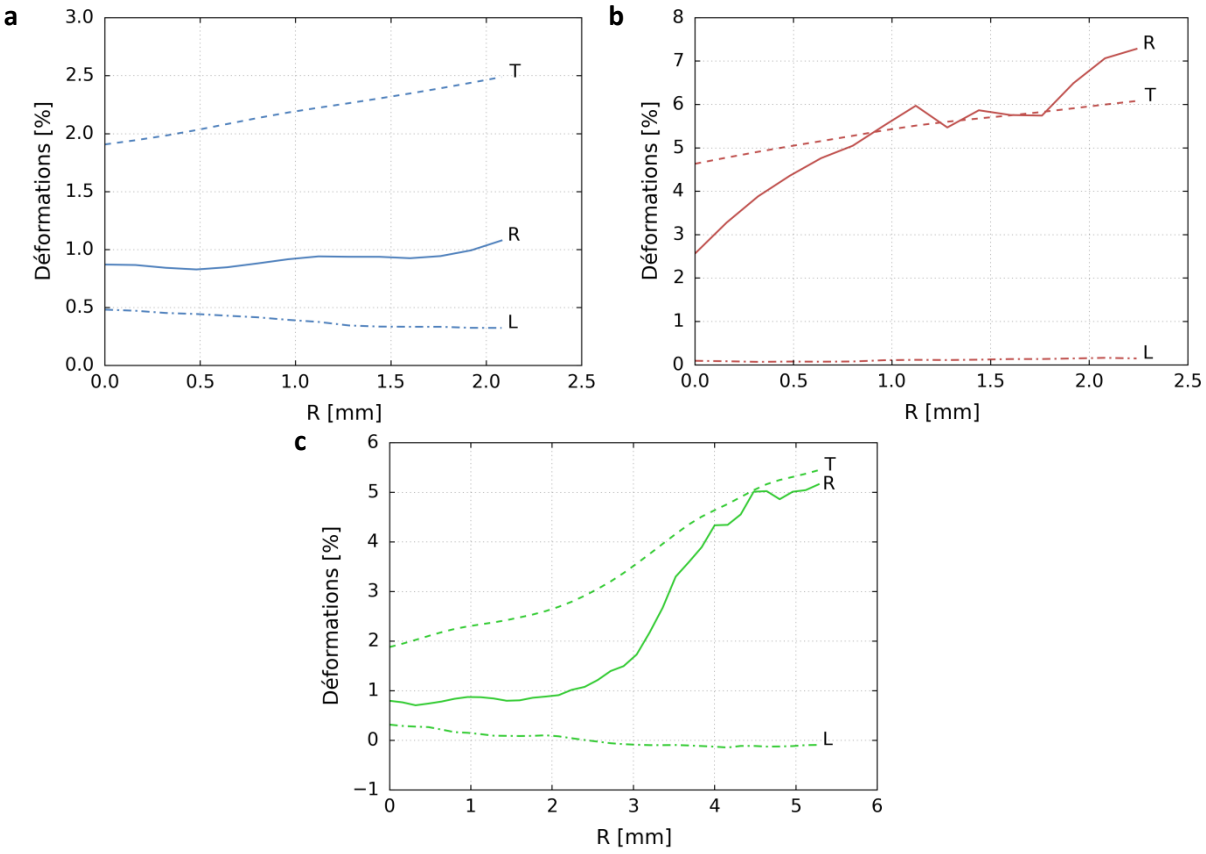


Figure 6.13 – Profils radiaux des déformations radiales, tangentielles et longitudinales entre 2 et 97% HR. (a) Bois initial (BI2). (b) Bois final (BF2). (c) Cerne (C1).

4.1.2. Evolution avec la teneur en eau

L'évolution avec la teneur en eau des profils radiaux des déformations est analysée afin de voir si les observations précédentes existent dans tout le domaine hygroscopique et de mettre ainsi en évidence l'évolution des hétérogénéités radiales. Ces profils sont tracés pour cinq états hydriques en conditions d'adsorption en prenant comme état de référence 2% HR. Puisque la première image du

cycle a été acquise à 44% HR, ces états correspondent à deux cycles d'adsorption successifs, le cycle a (65, 80 et 97% HR, notés 65a, 80a et 97a) et le cycle c (23 et 44% HR, notés 23c et 44c). Les courbes en désorption révèlent des tendances similaires à l'adsorption et sont donc uniquement présentées en annexe (Annexe C).

Déformations transversales

Tout d'abord, les déformations radiales du bois initial restent globalement très homogènes quel que soit l'état hydrique (Figure 6.14). Dans le bois final, le gradient radial des déformations est observé dans tout le domaine hygroscopique. De la même manière, dans le cerne, le gradient radial des déformations radiales est présent à tous les états hydriques.

Par ailleurs, dans tout le domaine hygroscopique, les profils des déformations tangentielles sont beaucoup plus lisses que ceux des déformations radiales (Figure 6.15). Ces profils sont quasiment linéaires dans les échantillons de bois initial et de bois final. Leur pente augmente avec le niveau moyen de déformations, passant de 0,05 à 0,3%/mm dans le bois initial, et de 0,1 à 0,7%/mm dans le bois final, entre les états hydriques 23 et 97% HR. Dans le cerne, la non-linéarité du profil des déformations tangentielles s'accentue avec le niveau moyen de déformation.

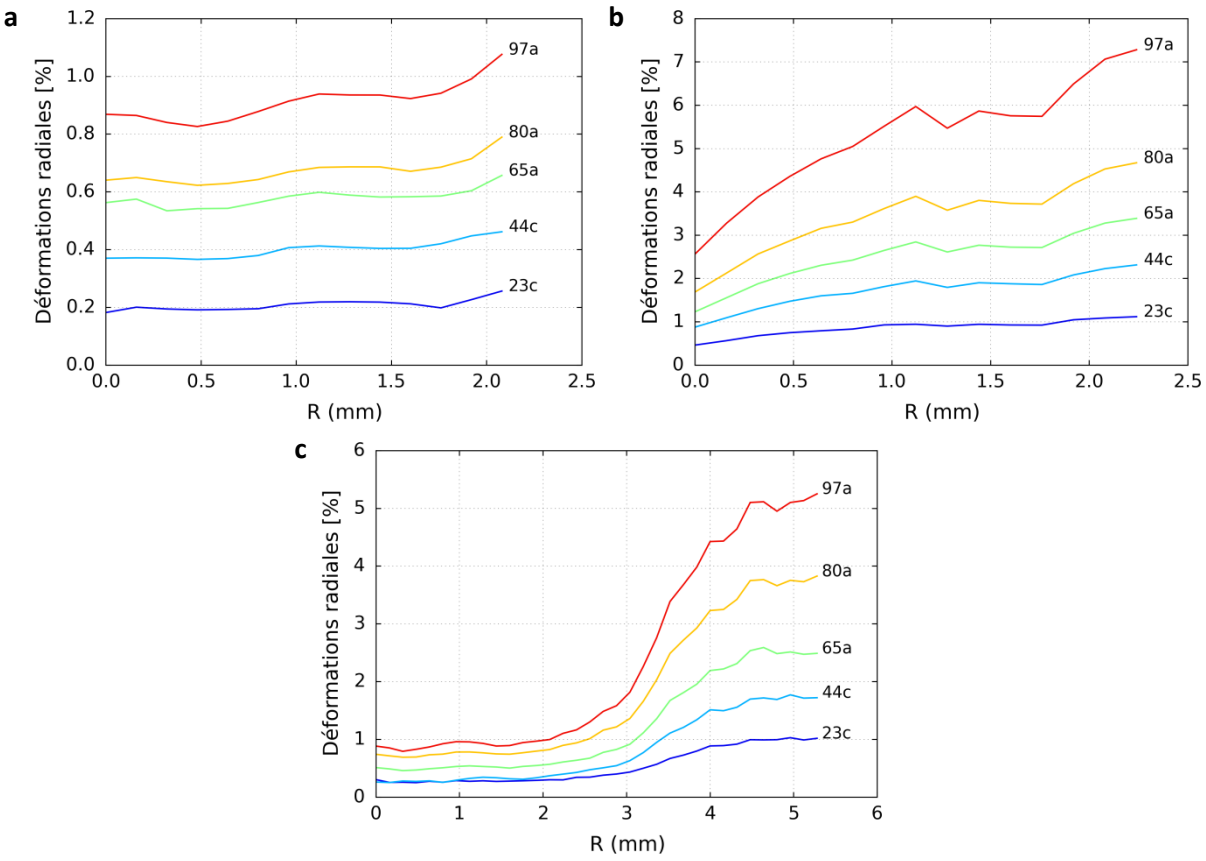


Figure 6.14 – Profils radiaux des déformations radiales entre 2% HR et différentes humidités relatives en conditions d'adsorption. (a) Bois initial (BI2). (b) Bois final (BF2). (c) Cerne (C1).

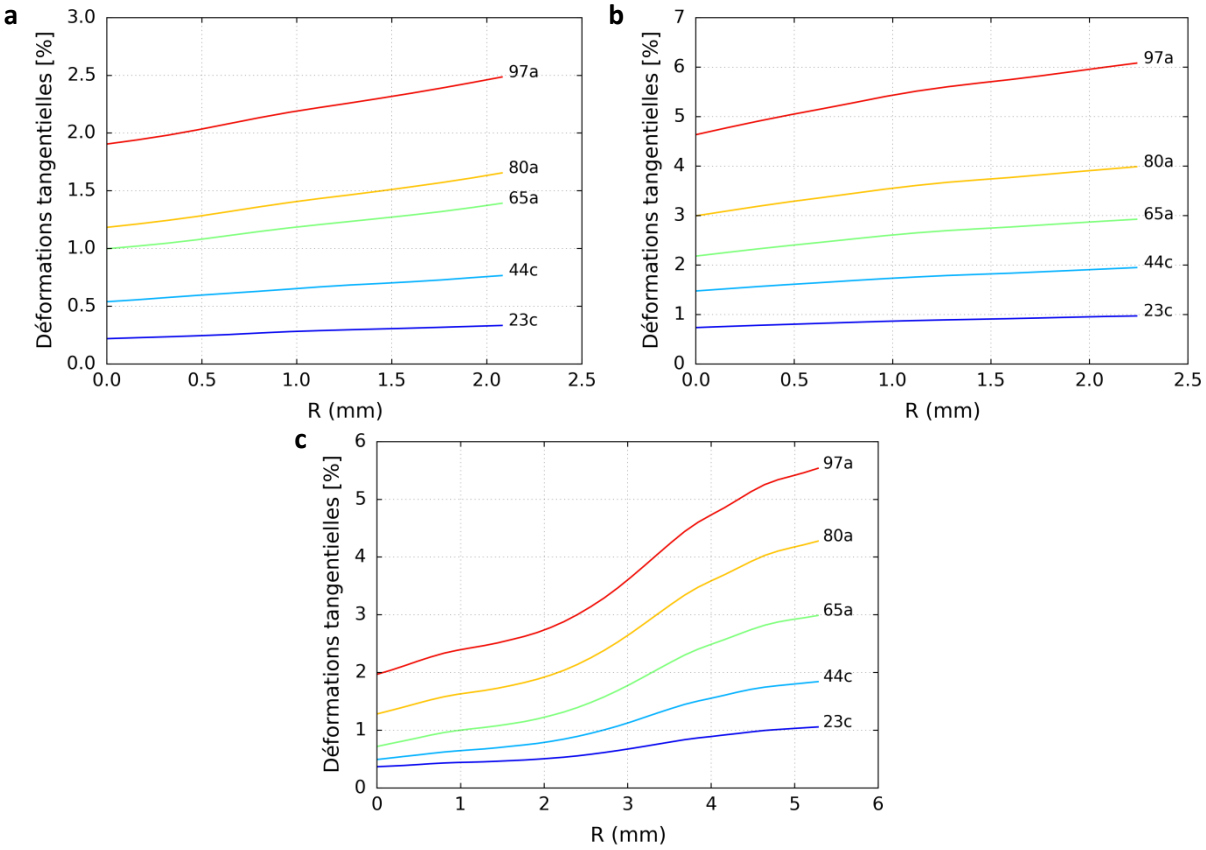


Figure 6.15 – Profils radiaux des déformations tangentielles entre 2% HR et différentes humidités relatives en conditions d'adsorption. (a) Bois initial (BI2). (b) Bois final (BF2). (c) Cerne (C1).

Anisotropie dans le plan transverse

L'anisotropie dans le plan transverse est analysée au travers du profil du ratio T/R, tracé pour chaque état hydrique (Figure 6.16). Dans le bois initial, l'anisotropie évolue peu dans la direction radiale, comme montré précédemment, alors que dans le bois final, le ratio T/R diminue fortement dans cette direction. Ainsi, même si les mesures globales indiquent que le bois final est isotrope transverse, l'analyse locale montre que le début du bois final est très anisotrope et, à l'opposé, la fin du bois final présente une anisotropie inversée, où les déformations radiales sont supérieures aux déformations tangentielles. Ce comportement « anisotrope inversé », constaté tout d'abord par Perré et al. [47] et Almeida et al. [52], est donc présent dans tout le domaine hygroscopique. Par ailleurs, la forte évolution de l'anisotropie transverse dans le cerne est très bien mise en évidence avec ces profils, avec un comportement anisotrope du côté du bois initial et un comportement quasiment isotrope transverse du côté du bois final. L'anisotropie inversée à la fin du cerne n'est pas observée. Comme annoncé précédemment, la position radiale du prélèvement pourrait expliquer l'absence de la zone terminale du cerne dans l'échantillon C1. Ceci pourrait aussi être dû à l'existence d'interactions mécaniques.

En outre, dans le bois initial, une augmentation de l'anisotropie avec la teneur en eau est observée. En moyenne, le ratio T/R est de 1,3 à 23% HR et 2,4 à 97% HR. Dans le bois final, le profil radial du ratio T/R n'évolue quasiment pas avec la teneur en eau. Enfin, dans le cerne, l'évolution du ratio T/R avec la teneur en eau est très différente des deux côtés de l'échantillon : du côté du bois initial, le ratio T/R augmente alors que du côté du bois final, il reste quasiment constant. Ces observations sont en cohérence avec les mesures globales et confirment donc la présence d'une évolution de l'anisotropie

dans le plan transverse du bois initial, quasiment inexistante pour le bois final. Comme précédemment, les relations entre les déformations tangentielles et les déformations radiales sont tracées, mais cette fois-ci pour chaque position radiale des échantillons de bois initial et de bois final pour effectuer une analyse plus locale (Figure 6.17). Cette analyse n'est pas effectuée pour le cerne dans lequel des phénomènes de couplage pourraient intervenir. Une évolution non linéaire de cette relation est trouvée pour le bois initial, alors que pour le bois final, cette relation a une tendance linéaire. Ainsi, l'évolution du ratio T/R semble bien présente dans le bois initial et semble confirmer que les déformations radiales et tangentielles n'évoluent pas linéairement avec la teneur en eau.

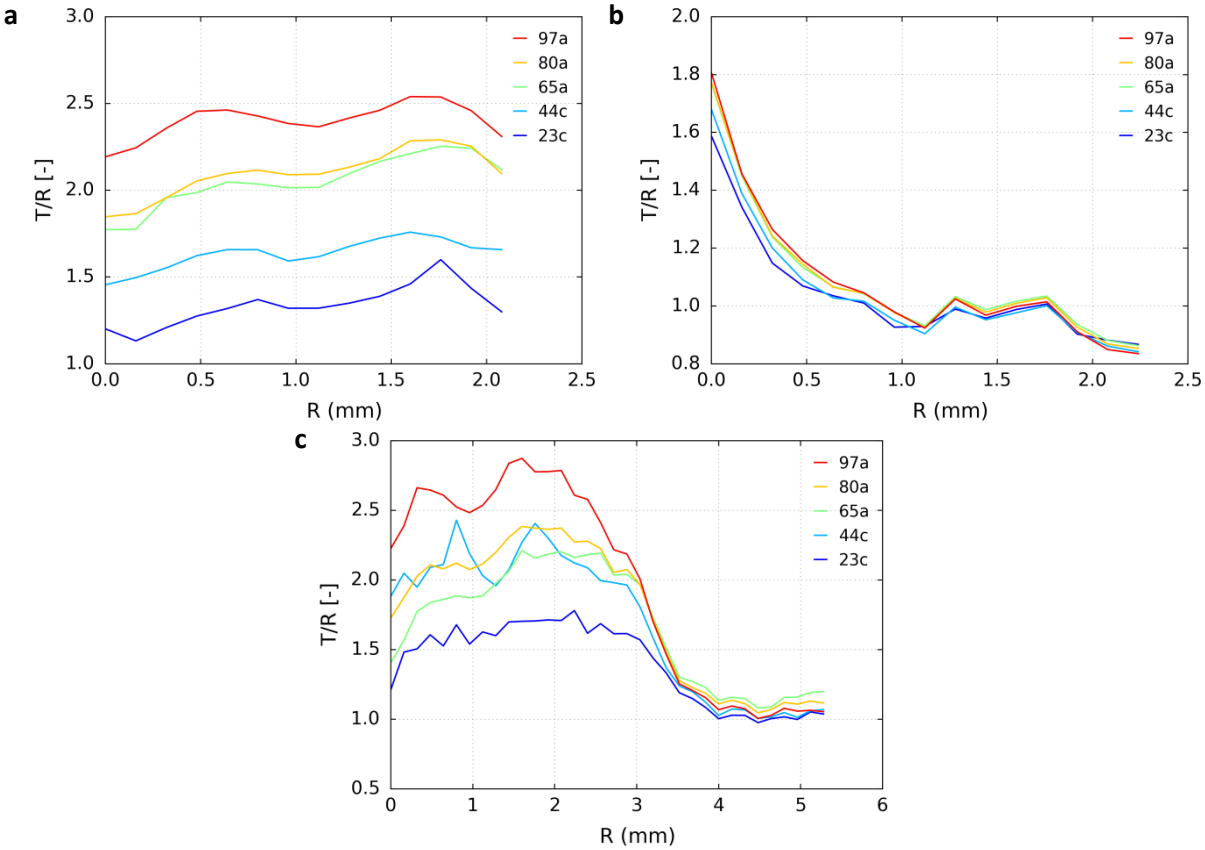


Figure 6.16 – Evolution du profil radial du ratio T/R pour des déformations entre 2% HR et différentes humidités relatives. (a) Bois initial (BI2). (b) Bois final (BF2). (c) Cerne (C1).

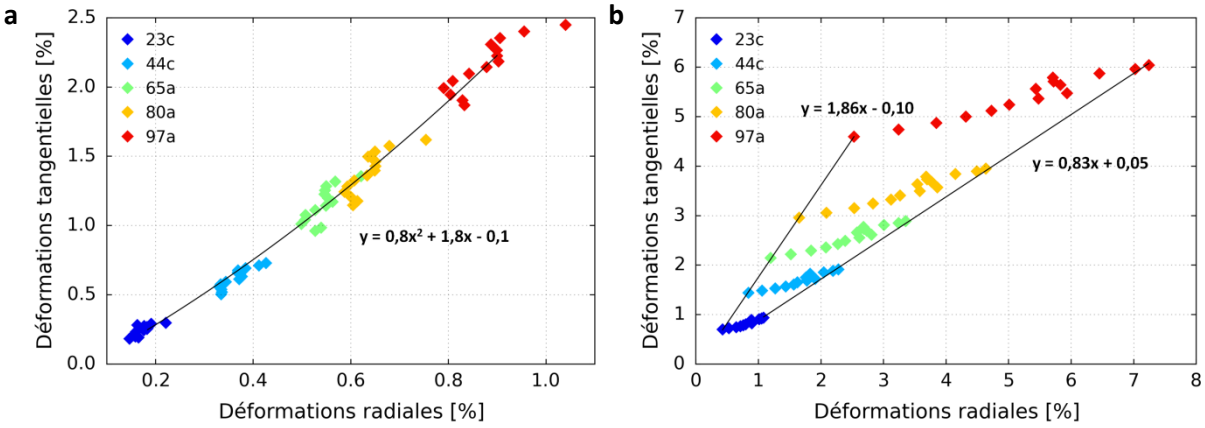


Figure 6.17 – Relation entre les déformations tangentielles et les déformations radiales pour différentes teneurs en eau. (a) Bois initial. (b) Bois final. Chaque point représente une position radiale de l'échantillon. Chaque courbe de tendance est tracée pour une position radiale donnée.

Déformations longitudinales

Concernant les déformations longitudinales (Figure 6.18), l'allure des profils radiaux évolue peu avec la teneur en eau. Les diminutions selon la direction radiale des déformations longitudinales au sein des échantillons BI2 et C1 sont retrouvées. Dans l'échantillon BF2, les déformations longitudinales varient très peu dans l'épaisseur. Il est par contre difficile de discuter de l'ordre des courbes à cause des incertitudes de mesures sur ces déformations, sauf dans le bois initial où l'on note une augmentation progressive des déformations longitudinales avec la teneur en eau, avec une tendance à la saturation (peu d'écart entre 80 et 97% HR). Dans le cerne, la pente de la courbe $\varepsilon_L = f(R)$ semble aussi augmenter avec la teneur en eau.

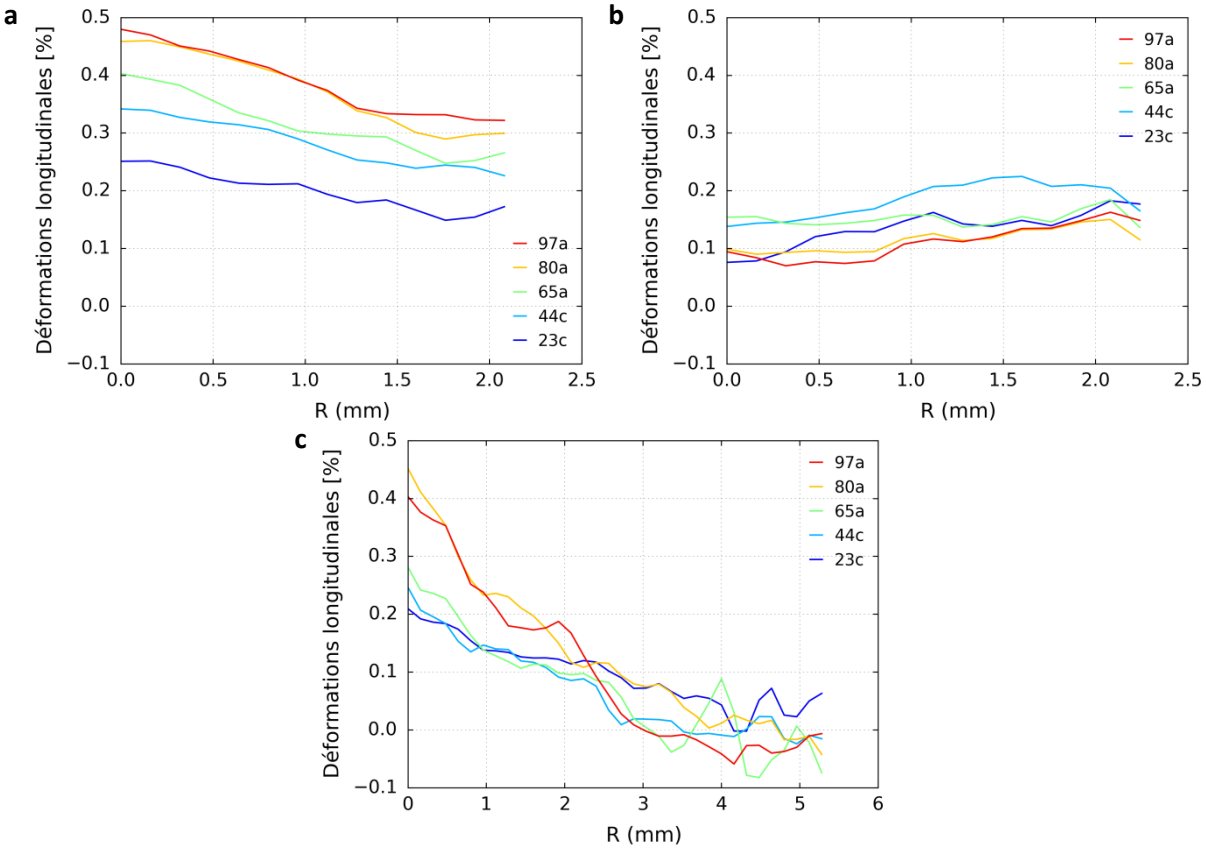


Figure 6.18 – Profils radiaux des déformations longitudinales entre 2% HR et différentes humidités relatives en conditions d'adsorption. (a) Bois initial (BI2). (b) Bois final (BF2). (c) Cerne (C1).

Ainsi, ces résultats confirment la forte hétérogénéité radiale des déformations radiales du bois final et du cerne alors que le bois initial se déforme de manière beaucoup plus homogène. De plus, les déformations radiales évoluent de manière irrégulière dans la direction radiale alors que les profils de déformations tangentielles sont beaucoup plus lisses. Ces observations sont confirmées dans tout le domaine hygroscopique. Enfin, une évolution, avec la teneur en eau, de l'anisotropie dans le plan transverse du bois initial a été observée et indique que les déformations radiales et tangentielles ne devraient pas tout à fait évoluer linéairement avec la teneur en eau.

4.2. Hétérogénéité tangentielle

Des fluctuations des déformations tangentielles dans le bois initial, le bois final et le cerne ont par ailleurs été révélées en analysant les champs de déformations. Ces fluctuations semblent être principalement présentes dans la direction tangentielle. Pour mieux mettre en évidence ces hétérogénéités, les profils tangentiels des déformations sont étudiés. Etant donné que dans la direction longitudinale, des fluctuations sont aussi présentes, ces profils sont tracés à trois positions longitudinales données (haut, milieu, bas de l'échantillon). Les incertitudes associées sont de 0,1%, et 0,2% pour les déformations radiales et tangentielles respectivement.

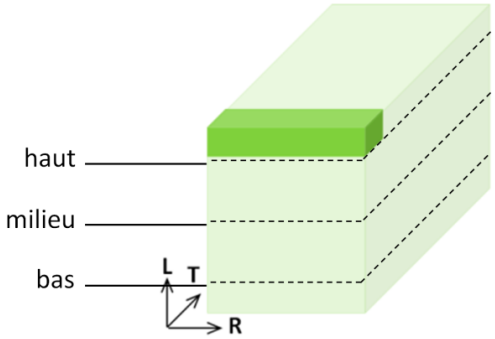


Figure 6.19 – Représentation schématique des positions longitudinales pour lesquelles les profils tangentiels des déformations ont été tracés. Le domaine sur lequel les déformations sont moyennées correspond au volume mis en valeur.

4.2.1. Analyse entre 2 et 97% HR

L'analyse est tout d'abord effectuée entre 2 et 97% HR. Pour chaque échantillon étudié (BI2, BF2 et C1), les profils correspondant à trois positions L différentes sont représentés (haut, milieu et bas de l'échantillon) (Figure 6.20). Ces profils sont aussi tracés pour les déformations radiales afin de comparer les fluctuations entre les deux composantes transverses.

De fortes fluctuations tangentielles des déformations tangentielles sont observées dans le bois initial, le bois final et le cerne. Ces fluctuations sont supérieures aux erreurs de mesure de l'ordre de 0,2% et semblent donc être l'empreinte d'une hétérogénéité locale de la microstructure. Au contraire, les déformations radiales sont très homogènes dans la direction tangentielle (erreur de mesure de 0,1%).

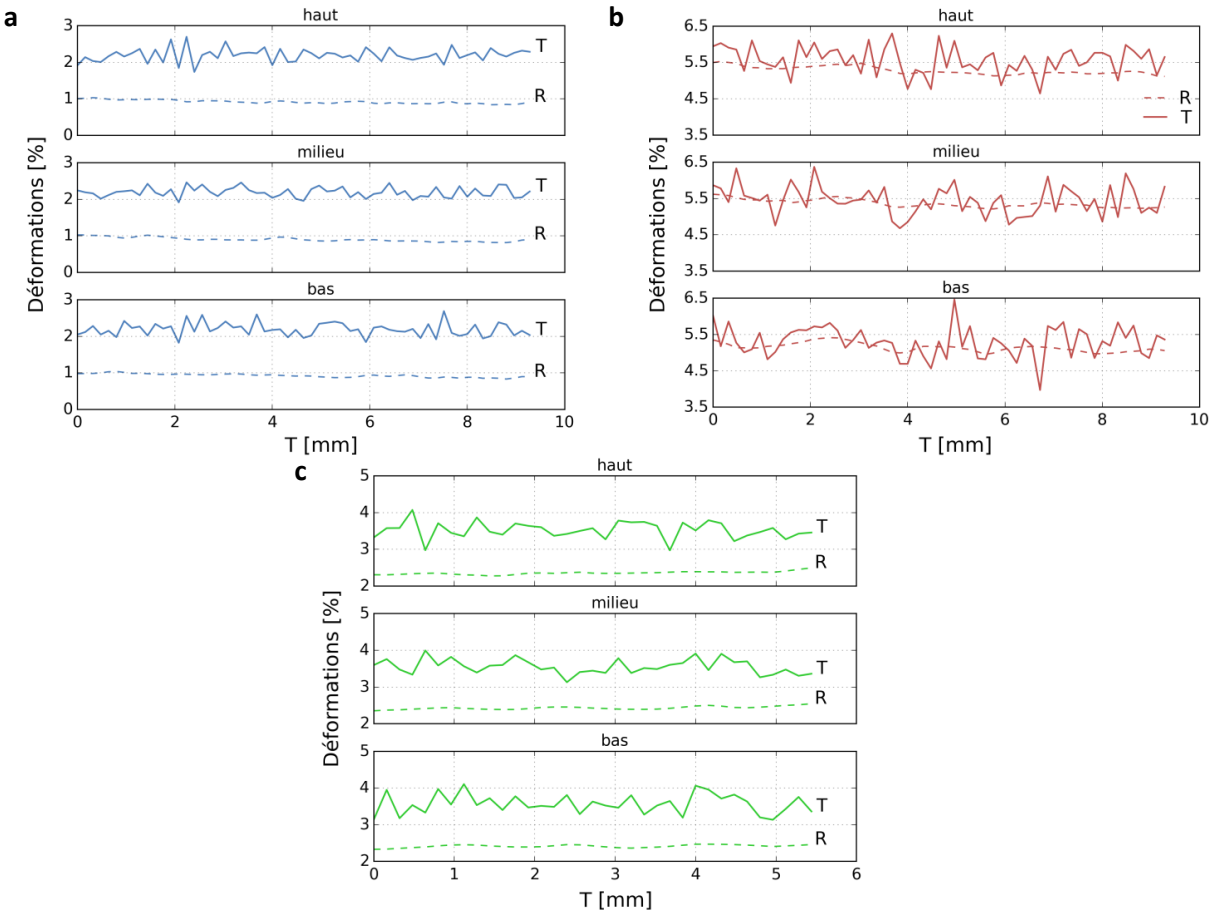


Figure 6.20 – Profils tangentiels des déformations radiales et tangentielles entre 2 et 97% HR. (a) Bois initial (BI2) : 0,80 mm (haut), 3,20 mm (milieu), 5,76 mm (bas). (b) Bois final (BF2) : 0,8 mm (haut), 3,36 mm (milieu) et 5,92 mm (bas). (c) Cerne (C1) : 0,8 mm (haut), 2,40 mm (milieu), 4,00 mm (bas).

4.2.2. Evolution avec la teneur en eau

Les profils des déformations tangentielles pour cinq états hydriques (conditions d'adsorption) sont donnés dans la Figure 6.21 pour un plan RT situé au milieu des échantillons. La colonne de droite correspond aux mêmes profils mais pour lesquels la déformation tangentielle moyenne a été soustraite afin de mieux visualiser l'évolution des fluctuations avec le niveau moyen de déformation.

Evolution des fluctuations

Pour les trois types d'échantillon, l'évolution des fluctuations tangentielles est cohérente. En effet, les profils ont une allure comparable à tous les états hydriques : les maximas et minimas se situent globalement aux mêmes positions. Cette cohérence semble indiquer une influence de la microstructure. A noter que la moins bonne cohérence du profil correspondant aux déformations entre 2 et 23% HR, en particulier dans le bois initial, pourrait être expliquée par le faible niveau de déformation pour cet état hydrique proche de l'incertitude de mesure.

Deux caractéristiques de la microstructure du bois pourraient être à l'origine de ces fluctuations : (i) les rayons ligneux et (ii) l'arrangement désordonné des cellules dans la direction tangentielle.

Hypothèse 1 : effet des rayons ligneux

La proportion des rayons ligneux est d'environ 5% dans les résineux [13], mais elle n'a pas été quantifiée dans ce travail. Leur influence sur le comportement hygromécanique a été plusieurs fois proposée dans la littérature pour expliquer l'anisotropie R-T (voir Chapitre 1). Dans le cas des résineux, ce sujet est très controversé, et aucun consensus n'a encore été trouvé. Peu de preuves expérimentales existent aujourd'hui sur la présence ou l'absence de leur effet. Récemment, Patera et al. (2014) [65] ont affirmé leur effet sur le bois initial, mais pas sur le bois final grâce à des mesures locales effectuées à partir d'image de µTRX à l'échelle cellulaire. Ces mesures demanderaient à être complétés. Cependant, la compréhension des interactions mécaniques entre les rayons ligneux et le tissu cellulaire reste encore peu comprise dans le cas du comportement hygromécanique. Des études plus quantitatives et effectuées dans tout le domaine hygroscopique semblent nécessaires pour confirmer l'impact des rayons ligneux et mieux comprendre les mécanismes.

Les rayons ligneux sont des groupes de cellules orientées radialement et qui forment des lignes radiales dans le plan RT, traversant la totalité de l'échantillon. Dans le plan TL, ils forment des petits amas lenticulaires disposés aléatoirement. Dans le plan RL, ils apparaissent sous forme de plages radiales (voir images de microtomographie aux rayons X synchrotron du Chapitre 1). Ces caractéristiques pourraient être à l'origine des fluctuations des déformations tangentielles observées. En effet, les champs de déformations tangentielles mettent en évidence la présence de lignes dans le plan RT, visualisées aussi sur les profils tangentiels. De plus, dans le plan TL, les déformations tangentielles fluctuent beaucoup sans direction privilégiée. Enfin, dans le plan RL, des plages orientées radialement apparaissent. Une étude préliminaire sur le bois initial a été effectuée au cours de ce travail (Annexe D). La diminution progressive du pas de la grille de points de corrélation permet de faire apparaître progressivement les motifs qui semblent bien ajustés aux rayons ligneux. La détection des rayons ligneux dans les images de µTRX permet de connaître leur position précise et de les corréler aux champs de déformation. Cependant, cette étude doit être complétée pour aboutir à des conclusions et être réalisée aussi sur le bois final et le cerne.

Hypothèse 2 : effet de l'arrangement cellulaire

Par ailleurs, l'arrangement des trachéides n'est pas le même dans les directions radiale et tangentielle. Dans la direction radiale, le mécanisme de la division cellulaire au niveau du cambium est à l'origine d'un alignement des trachéides qui forment des rangées bien définies. Dans la direction tangentielle, les trachéides sont beaucoup plus désordonnées. L'effet de l'arrangement cellulaire sur le comportement hygromécanique a notamment été proposé par Almeida et al. (2014) [52].

Les images de µTRX synchrotron (Chapitre 1) confirment la présence de ces arrangements cellulaires dans le matériau étudié au cours de cette thèse. On pourrait imaginer que la succession des rangées de trachéides dans la direction tangentielle forment un matériau multicouche. Les rangées de trachéides pourraient alors être libres de se déformer dans la direction tangentielle alors que dans les déformations radiales seraient empêchées, résultant en des fluctuations des déformations tangentielles alors que les déformations radiales seraient relativement constantes, ce qui est bien observé sur les courbes expérimentales présentées ici.

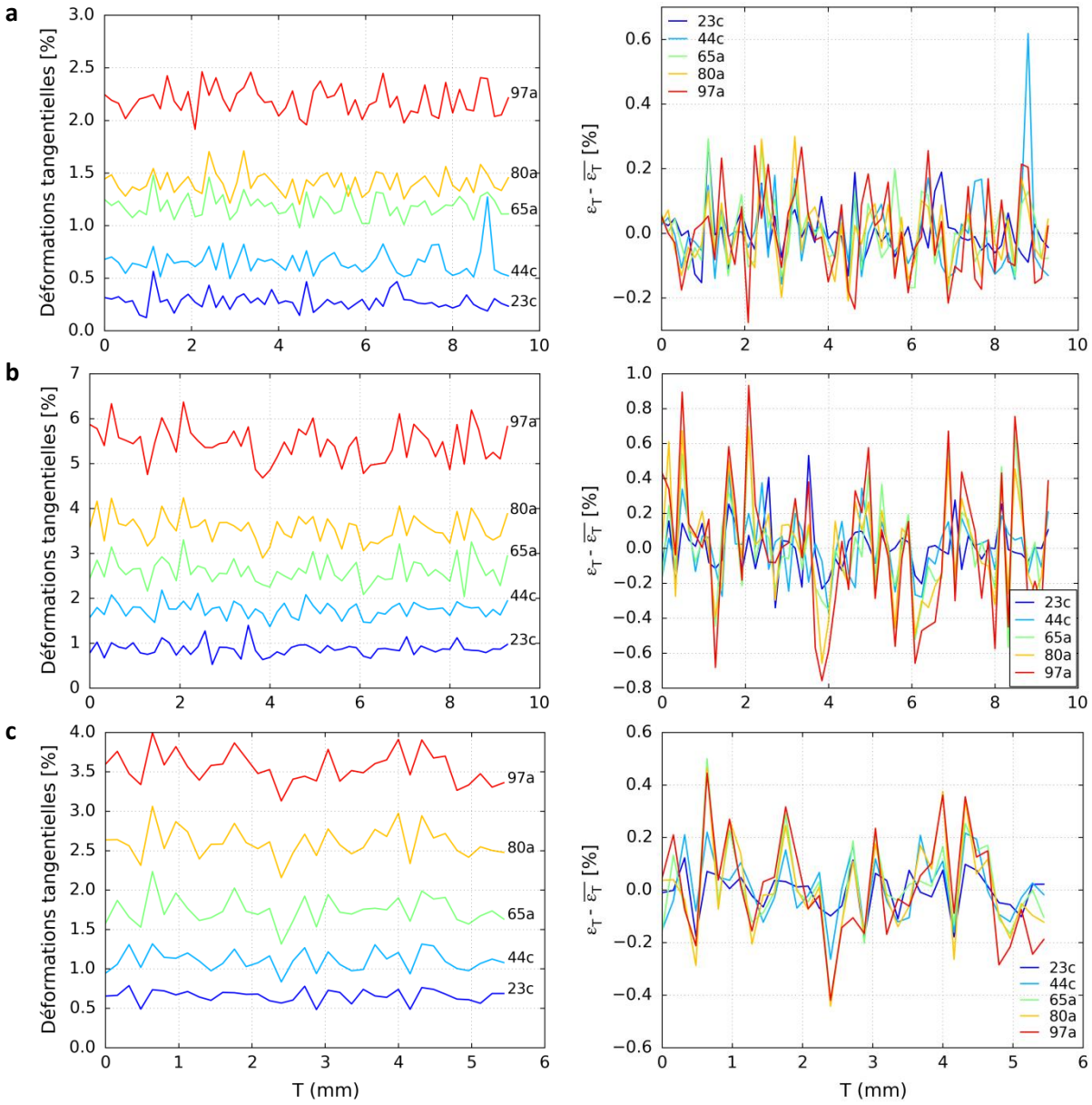


Figure 6.21 – Colonne de gauche : profils tangentiels des déformations tangentielles entre 2% HR (cycle b) et différentes humidités relatives. Colonne de droite : mêmes profils auxquels la déformation moyenne est soustraite. (a) Bois initial (BI2). (b) Bois final (BF2). (c) Cerne (C1).

En conclusion, des fluctuations significatives des déformations tangentielles sont mesurées dans la direction tangentielle alors que les déformations radiales sont très homogènes. Ces fluctuations semblent s'accentuer de manière cohérente avec le niveau de déformation moyen. Elles pourraient donc être dues à la présence d'hétérogénéités structurales telles que les rayons ligneux ou l'arrangement cellulaire désordonné dans la direction tangentielle dont les effets seraient identiques pour le bois initial et le bois final.

5. Conclusion

Des échantillons de bois initial, de bois final et d'un cerne ont été imagés par µTRX à différents états hydriques dans tout le domaine hygroscopique. Grâce à la DVC, une analyse multi-échelle tridimensionnelle du comportement hygromécanique de ces échantillons a été effectuée.

La comparaison des mesures globales de DVC avec des mesures macroscopiques effectuées avec un comparateur a montré des résultats comparables et conforte les résultats de ces deux techniques de mesure. La différence de comportement hygromécanique entre le bois initial et le bois final est en particulier confirmée : le bois initial est très anisotrope alors que le bois final est quasiment isotrope transverse. L'analyse du comportement du cerne montre un comportement intermédiaire entre celui de ses constituants isolés.

Par ailleurs, l'analyse des champs de déformation dans les deux types de bois a mis en évidence des hétérogénéités. Une hétérogénéité radiale des déformations radiales et tangentielles a été observée, beaucoup plus prononcée dans le bois final que dans le bois initial qui semble être beaucoup plus homogène. Alors que les déplacements semblent presque libres dans la direction radiale, des interactions mécaniques pourraient être présentes, au sein du cerne et dans les bois isolés, pour assurer la compatibilité des déformations tangentielles du fait de la régularité des déformations tangentielles dans la direction radiale par comparaison au profil des déformations radiales.

Des fluctuations qui s'accentuent avec le niveau de déformation de manière cohérente sont aussi observées pour les déformations tangentielles. Enfin, dans le bois initial, le ratio d'anisotropie T/R évolue peu dans la direction radiale alors que dans le bois final, trois comportements différents sont observés : anisotrope, isotrope et anisotrope inversé.

A l'issue de ce chapitre, il semble intéressant de trouver l'origine de ces hétérogénéités des champs de déformations et voir si elles peuvent être corrélées avec des éléments de la microstructure du bois. D'une part, de nombreux auteurs parlent aujourd'hui de bois de transition situé entre le bois initial et le bois final du fait d'une évolution progressive de la densité d'un bout à l'autre du cerne [79]. L'hétérogénéité radiale des déformations pourrait ainsi être reliée à l'évolution de la densité locale dans le bois. Cela suggèrerait, d'après nos observations, que le bois de transition et le bois final soient eux-mêmes hétérogènes. Cette étude est l'objet du chapitre suivant. D'autre part, l'influence des rayons ligneux et de l'arrangement des cellules est souvent discutée pour tenter d'expliquer le comportement hygromécanique du bois. La corrélation entre les fluctuations des déformations tangentielles avec ces paramètres pourrait permettre de montrer s'ils influent sur le comportement hygromécanique.

Chapitre 7 – Hétérogénéité de la densité et impact sur le comportement hygromécanique

1. Introduction

L'analyse locale du comportement hygromécanique du bois a mis en évidence une hétérogénéité radiale des déformations au sein du cerne, qui pourrait être liée à la présence d'une hétérogénéité de la structure. L'évolution progressive de la densité au sein de l'accroissement annuel est connue et explique par exemple l'émergence du terme bois de transition dans la littérature, qui s'ajoute au bois initial et au bois final. La présence d'une telle hétérogénéité de la structure et des propriétés pourrait être à l'origine d'interactions mécaniques au sein du cerne lors du gonflement, s'ajoutant aux seuls phénomènes hydriques.

Les relations entre les déformations hygromécaniques et la densité du bois vont être mesurées dans ce chapitre à une échelle locale, afin de voir si les variations de densité dans le cerne sont à l'origine de l'hétérogénéité radiale du comportement hygromécanique. Le second objectif est de montrer l'impact de cette hétérogénéité radiale sur le comportement hygromécanique du bois, et en particulier de mettre en évidence la présence d'interactions mécaniques au sein du cerne qui découleraient de cette hétérogénéité. La différence de comportement hygromécanique entre le bois initial et le bois final avait par exemple été proposée dans les années 1930 pour expliquer la courbure de lames de plancher, pour lesquelles on conseillait d'orienter le côté écorce vers l'extérieur afin que la courbure ait lieu vers l'intérieur [53].

Dans un premier temps, la densité locale dans les échantillons sera mesurée à partir des images de µTRX. Les relations entre les déformations locales et la densité locale seront ensuite analysées. Enfin, les interactions mécaniques au sein du cerne seront étudiées en comparant localement les déformations des tissus isolés et du cerne, et à travers la mise en évidence d'une courbure de ces échantillons.

2. Mesure de la densité locale

Le coefficient d'atténuation local des rayons X, mesuré à travers les niveaux de gris d'une image de µTRX, reflète la densité et la composition chimique locales du matériau étudié. Les niveaux de gris vont donc être l'information utilisée pour mesurer la densité locale du bois.

L'hétérogénéité radiale des déformations a pu être analysée quantitativement en calculant des profils radiaux des déformations. Il est donc proposé de déterminer des profils similaires de la densité afin de pouvoir mettre en place les relations entre la densité et les déformations hygromécaniques. Cette procédure est cohérente sachant que la densité évolue principalement dans la direction radiale,

comme l'ont montré plusieurs études [43] [79]. Cette évolution radiale de la densité dans le cerne est aussi mise en évidence sur les images de µTRX acquises dans ce travail, présentées dans le Chapitre 5.

La procédure mise en place pour obtenir les profils radiaux de la densité des échantillons à partir des images de µTRX consiste à (i) calculer les profils radiaux des niveaux de gris dans les échantillons, (ii) calibrer les niveaux de gris afin d'assurer la comparaison entre les différentes images et (iii) déterminer la relation entre les niveaux de gris et la densité calibrée.

2.1. Profils radiaux des niveaux de gris

Les profils radiaux des niveaux de gris sont tracés à partir des images de µTRX des échantillons de bois initial (BI1, BI2, BI3), de bois final (BF1, BF2, BF3) et du cerne (C1) équilibrés à 44% HR (cycle a). Ce sont les premières images du cycle de sorption sur lesquelles la grille de référence des points de corrélation a été définie pour l'analyse de DVC. Le calcul des profils s'appuie sur ce maillage afin que les niveaux de gris et les déformations soient calculés aux mêmes positions.

La moyenne des niveaux de gris est tout d'abord calculée dans les petits volumes compris entre huit points de corrélation, correspondant aux éléments des cartes de déformation et qui sont de taille 20x20x20 voxels (soit 160x160x160 μm^3). A partir de la moyenne des niveaux de gris par élément, les profils radiaux sont calculés en moyennant les niveaux de gris de tous les éléments situés à la même position radiale (moyennes par tranches TL d'épaisseur 20 voxels).

Les profils obtenus pour chaque échantillon sont tracés dans la Figure 7.1 et regroupés par image. Pendant le scan de µTRX, les échantillons n'ont pas tous été orientés de la même manière dans la direction radiale. Une inversion des profils des échantillons concernés a donc été effectuée pour que l'orientation radiale de tous les échantillons soit uniformisée. Les évolutions radiales des niveaux de gris sont cohérentes avec les observations des images des échantillons. En effet, une augmentation des niveaux de gris dans le cerne, depuis la phase de bois initial jusqu'à la phase de bois final est observée. Dans le bois final, une augmentation des niveaux de gris apparaît aussi. Quant au bois initial, les niveaux de gris restent assez constants dans tout l'échantillon. La comparaison entre les valeurs des niveaux de gris des échantillons n'est en revanche pas possible à effectuer à cette étape car une calibration est nécessaire (voir paragraphe suivant).

Ces profils mettent en évidence l'impact des artefacts des images de µTRX sur les niveaux de gris situés aux extrémités de certains échantillons (légende « Artefact »). La partie inférieure des échantillons posés sur le support en PMMA (BI1, BF1 et C1) est impactée par la transition PMMA/bois (niveaux de gris augmentés). Un artefact similaire, moins prononcé, est présent au niveau de la transition bois/air et entraine une diminution des niveaux de gris dans la partie supérieure des échantillons situés en haut de l'image (BI3, BF3, C1). Les extrémités des profils de ces échantillons sont donc exclues des analyses et la mesure de densité au niveau de ces extrémités ne sera pas effectuée. Le Tableau 7.1 indique le nombre de points supprimés aux extrémités gauche (côté début du cerne) et droite (côté fin du cerne) des profils. A noter que ces artefacts ne doivent pas avoir d'influence sur les analyses de DVC car le coefficient de corrélation utilisé est insensible aux variations de contraste et de brillance dans l'image.

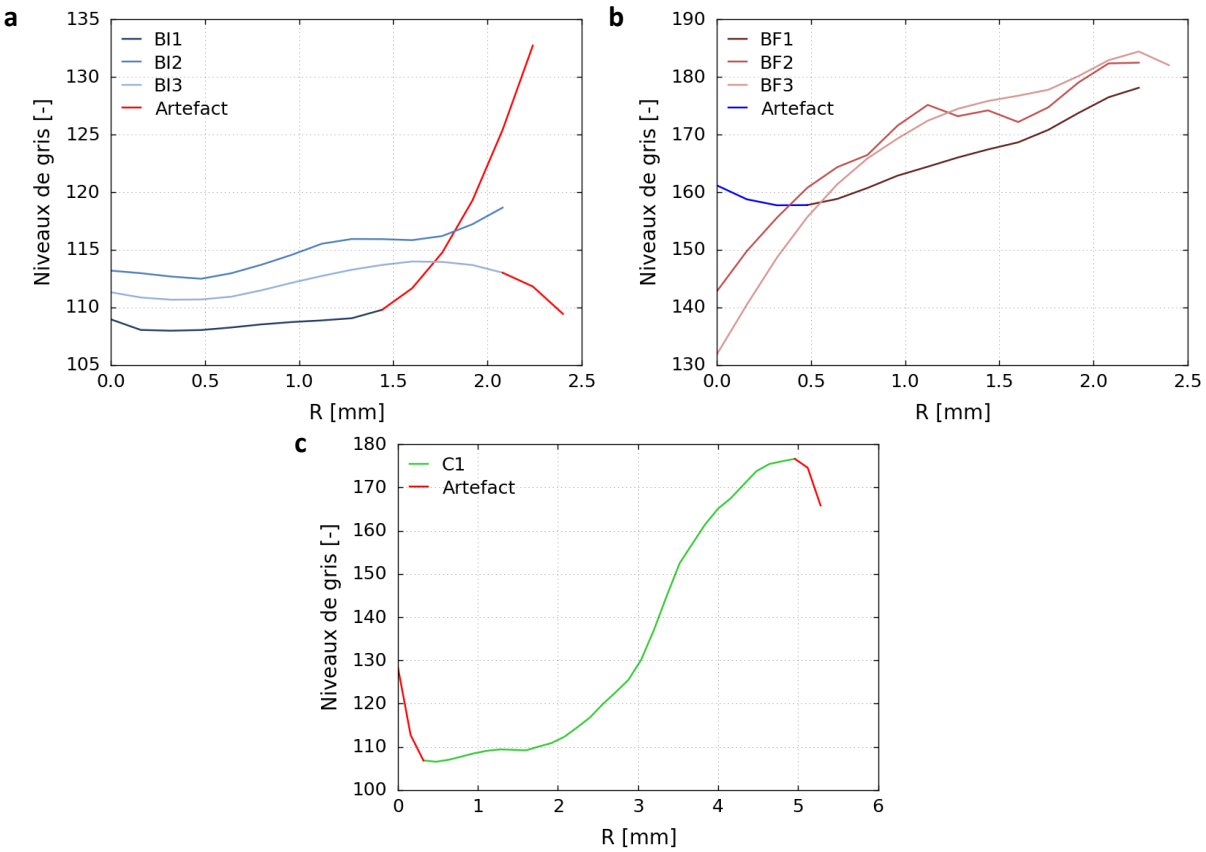


Figure 7.1 – Profils radiaux des niveaux de gris dans les échantillons. (a) Bois initial. (b) Bois final. (c) Cerne. Les parties des courbes nommées « artefact » correspondent aux parties qui ne sont pas prises en compte dans la suite de l'analyse.

Tableau 7.1 – Position radiale des échantillons par rapport au cerne.

		C1	BI1	BI2	BI3	BF1	BF2	BF3
Nombre de points exclus aux extrémités	**gauche**	2	0	0	0	3	0	0
	droite	2	5	0	2	0	0	0

2.2. Calibration des niveaux de gris

Une calibration des niveaux de gris est nécessaire pour assurer une comparaison entre les niveaux de gris des différentes images. En effet, les échantillons de bois initial, de bois final et le cerne ont été imagés séparément. Or, les conditions d'imagerie varient dans le temps malgré un protocole répétable de l'expérience (fluctuation du flux de rayons X, désalignement du faisceau…). Des variations de contraste et de brillance peuvent donc être présentes entre les différentes images. De plus, lors de la reconstruction des images, le contraste et la brillance sont réajustés systématiquement, ajoutant une étape où les niveaux de gris peuvent varier d'une image reconstruite à l'autre. Comme chaque échantillon a été reconstruit individuellement, cette étape est aussi une source de variation des niveaux de gris entre les trois échantillons de bois initial ou de bois final.

Une méthode est proposée pour que les niveaux de gris des différentes images soient exprimés dans le même référentiel. Deux matériaux de référence, contenus systématiquement dans les images de µTRX, sont utilisés pour cette calibration : l'air autour des échantillons et le support en PMMA sur lequel les échantillons sont posés. Il est supposé que la densité et la composition chimique de ces références sont constantes, et donc que leur niveau de gris moyen ne doit pas varier. Les niveaux de gris (ng) moyens de l'air et du PMMA dans une image choisie comme référence sont ng_0^{air} et ng_0^{PMMA}

respectivement. Les niveaux de gris moyens de l'air et du PMMA dans une autre image que l'on cherche à calibrer sont ng_1^{air} et ng_1^{PMMA}. La relation entre les niveaux de gris des deux images, considérée ici comme linéaire, s'écrit :

$$ng_1 = a.ng_0+b \tag{7.1}$$

Les coefficients a et b se calculent à partir des niveaux de gris de l'air et du PMMA dans les deux images et sont définis par :

$$a = \frac{ng_1^{PMMA} - ng_1^{air}}{ng_0^{PMMA} - ng_0^{air}} \tag{7.2}$$

$$b = \frac{ng_1^{air}ng_0^{PMMA} - ng_1^{PMMA}ng_0^{air}}{ng_0^{PMMA} - ng_0^{air}} \tag{7.3}$$

En pratique, les niveaux de gris moyen de l'air et du PMMA sont mesurés sur chaque image reconstruite dans une zone située à côté de l'échantillon et dans une zone centrale du support en PMMA respectivement (Figure 7.2). Le volume minimal de la zone sur laquelle on moyenne les niveaux de gris, assurant un niveau de fluctuations des niveaux de gris moyens suffisamment bas, est estimé en calculant la moyenne des niveaux de gris dans des volumes cubiques de taille de plus en plus élevée avec ImageJ (Figure 7.3). A partir de ces courbes, un volume de taille 50 x 50 x 50 voxels est finalement choisie pour calculer la moyenne des niveaux de gris dans les matériaux de référence. Il assure des fluctuations des niveaux de gris moyens inférieures à 0,1 approximativement. A partir de ces valeurs, la calibration est effectuée. Le référentiel choisi est celui de l'image du cerne équilibré à 44% HR, pour lequel les niveaux de gris moyens de l'air et du PMMA sont donc ng_0^{air} et ng_0^{PMMA}.

Les niveaux de gris de l'air et du PMMA obtenus pour toutes les images de l'étape 44% HR (cycle a) reconstruites, chacune associée à un échantillon, sont donnés dans le Tableau 7.2. La position du support en PMMA dans la partie inférieure de l'image de µTRX n'est pas idéale car cette zone est sensible aux artefacts (reconstruction conique). Les valeurs des niveaux de gris du PMMA sont donc ajustées manuellement pour améliorer la correspondance entre les profils de niveaux de gris des échantillons (ng(PMMA) corrigé). On remarque que plus l'échantillon est situé loin du support en PMMA, plus la valeur du niveau de gris du PMMA doit être augmentée.

Ce protocole de calibration pourrait être amélioré en ajoutant un matériau de référence mieux situé dans l'image, n'ayant pas pu être mis en place au cours de cette expérience car il n'était pas envisagé de travailler directement avec les niveaux de gris des images.

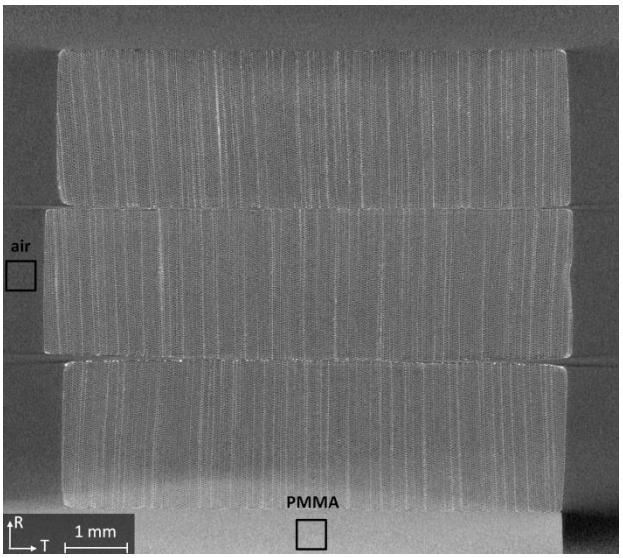


Figure 7.2 – Régions où la moyenne des niveaux de gris des matériaux de référence air et PMMA sont calculées dans l'image de µTRX.

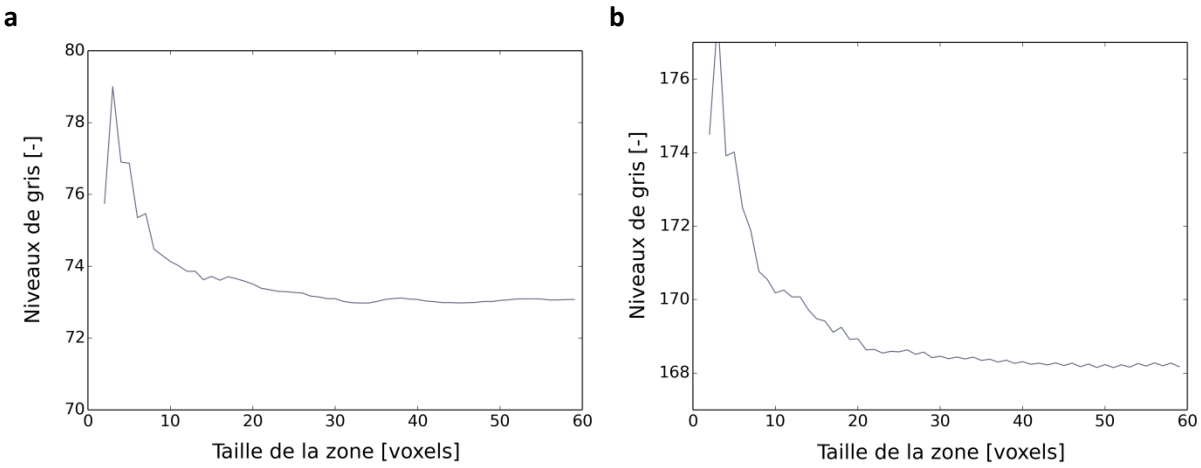


Figure 7.3 – Exemple d'évolution des niveaux de gris moyens de l'air (a) et du PMMA (b) en fonction de la taille du volume considéré.

Tableau 7.2 – Niveaux de gris moyens des matériaux de référence pour chaque image reconstruite.

	C1	BI1	BI2	BI3	BF1	BF2	BF3
ng(air) [-]	71,64	76,08	72,78	76,19	78,45	78,60	77,80
ng(PMMA) [-]	179,52	165,03	180,12	164,54	172,45	172,18	172,58
ng(PMMA) corrigé [-]	179,52	171,53	195,12	183,54	170,45	175,18	176,58

2.3. Positionnement radial des échantillons à partir des niveaux de gris

La méthode de calibration permet de ramener les niveaux de gris de tous les échantillons dans le référentiel de l'image du cerne. Les profils radiaux des niveaux de gris des différents échantillons peuvent alors être comparés. Cependant, la position radiale relative des échantillons doit être déterminée pour pouvoir comparer leurs niveaux de gris en une position radiale donnée. En effet, la méthode de découpe décrite dans le Chapitre 2 entraine une élimination d'une partie de matière du cerne pour chaque échantillon, dont la quantité n'a pas été mesurée. En particulier, dans la direction

radiale, la position précise des échantillons dans le cerne n'est pas connue. Or, la comparaison locale de la densité et des déformations de plusieurs échantillons nécessite de connaître leur position relative dans le cerne. Il est donc proposé d'utiliser le profil radial des niveaux de gris des échantillons, qui reflète leur densité locale, pour déterminer leurs positions relatives dans la direction radiale.

Ces positions radiales relatives entre les échantillons sont obtenues par minimisation des écarts au carré entre deux profils de densité. Le profil des niveaux de gris du cerne est utilisé comme référence. Les profils des autres échantillons sont translatés radialement, avec des pas de 20 voxels. La position optimale (translation radiale) correspond à la position radiale pour laquelle la somme des écarts au carré entre les deux profils comparés est minimale. Le résultat est visualisé dans la Figure 7.4, où les profils des niveaux de gris calibrés de tous les échantillons sont superposés. Les valeurs de translation radiale par rapport au cerne (échantillon C1) pour chaque échantillon sont données dans le Tableau 7.1.

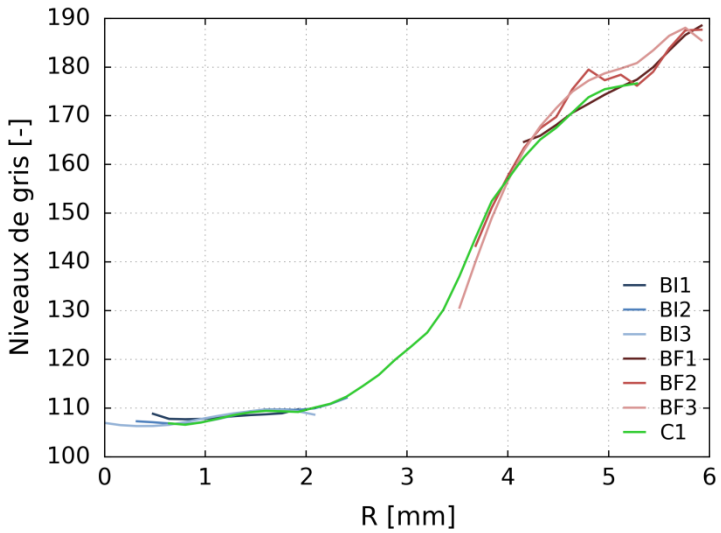


Figure 7.4 – Profils des niveaux de gris calibrés des échantillons de bois initial, bois final et du cerne superposés. Les extrémités des échantillons impactées par les artefacts ont été enlevées.

Tableau 7.3 – Position radiale des échantillons par rapport au cerne.

	C1	BI1	BI2	BI3	BF1	BF2	BF3
Translation radiale [voxels]	0	20	0	-40	420	420	400

2.4. Relation niveaux de gris - densité

La composition chimique est globalement homogène dans le cerne, le bois initial et le bois final, étant donné que les échantillons sont prélevés dans un volume restreint. Les variations du coefficient d'atténuation dans les images de µTRX des échantillons devraient donc dépendre principalement des variations de densité. Les niveaux de gris attachés à la matière (paroi cellulaire) doivent être constants dans le cerne car la composition chimique et la densité de la paroi cellulaire diffèrent peu entre le bois initial et le bois final. Les variations de niveaux de gris dans les échantillons sont donc principalement liées à la variation de porosité, et donc de densité du bois, qui est, à cette échelle d'analyse, similaire à la fraction volumique de paroi cellulaire.

Par conséquent, une relation entre les niveaux de gris et la densité peut être établie, valable uniquement au sein des échantillons de bois. Pour mettre en place une telle relation, la densité macroscopique des échantillons à 44% HR, mesurée avec une balance et un comparateur (Chapitre 2),

et la moyenne des niveaux de gris de ces échantillons dans les images correspondantes, sont utilisées. Ces mesures étant effectuées sur trois types d'échantillons différents (bois initial, bois final et cerne), dont la densité macroscopique est différente, cela permet d'obtenir trois points pour construire et valider la relation affine entre les niveaux de gris et la densité.

Une relation affine entre les niveaux de gris et la densité du bois est bien trouvée (Figure 7.5). Cette relation permet de convertir les niveaux de gris des échantillons imagés par µTRX en densité locale à 44% HR. Les mesures effectuées sur plusieurs échantillons du même type permettent de vérifier que cette relation est reproductible, excepté l'échantillon BF1 qui n'est pas situé sur la même droite que les autres échantillons. Cependant, pour cet échantillon, trois points du profil de densité ont été exclus car ils se situent dans une zone d'artefact de l'image. Or, la densité macroscopique a été mesurée sur la totalité de l'échantillon. Comme le bois final est très hétérogène, la mesure des niveaux de gris moyens sur la partie la plus dense de l'échantillon est à l'origine d'une surestimation des niveaux de gris moyens dans l'échantillon. Ainsi, l'échantillon BF1 n'est pas pris en compte dans la régression linéaire. Cet écart n'apparaît pas pour les autres échantillons dont des points aux extrémités ont été exclus (BI1, C1 et BI3), qui vérifient donc la même relation affine que les échantillons exemptés d'artefacts. Ceci pourrait être expliqué car, pour les échantillons de bois initial, la suppression des extrémités devrait avoir très peu d'influence du fait de leur homogénéité. Dans le cerne, la suppression de deux points à chaque extrémité semble permettre une compensation.

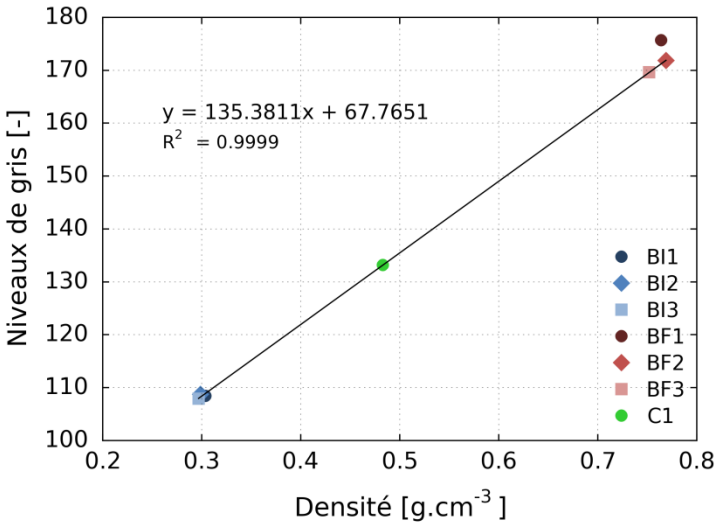


Figure 7.5 – Relation entre la densité macroscopique à 44% HR et le niveau de gris moyen de l'échantillon. L'échantillon BF1 n'est pas pris en compte dans la régression linéaire.

Ainsi, en mesurant une relation entre les niveaux de gris des images de µTRX et la densité du bois à 44% HR, il est maintenant possible de mesurer la densité locale du bois de tous les échantillons dans les zones où les artefacts d'images sont absents. Le positionnement relatif des échantillons dans la direction radiale permet, par ailleurs, de comparer localement les déformations hygromécaniques des différents échantillons, et de mettre en parallèle la densité locale et les déformations hygromécaniques.

3. Influence de la densité sur le comportement hygromécanique

3.1. Evolution de la densité dans les échantillons

L'évolution radiale de la densité au sein des échantillons de bois initial, de bois final et du cerne est tout d'abord analysée au travers la Figure 7.6, obtenue à partir des profils de niveaux de gris calibrés par rapport à l'image du cerne, et du positionnement radial relatif des échantillons.

Alors que la densité du bois initial est assez homogène, un fort gradient radial de densité est présent dans le bois final avec une augmentation de la densité avec la position radiale. Le gradient de densité est observé dans toute l'épaisseur du bois final, montrant ainsi que le bois ne peut pas être considéré comme un matériau homogène, quelle que soit la position radiale considérée. Ces tendances sont similaires pour les trois échantillons appariés de bois initial et de bois final. Dans le cerne, la phase homogène de bois initial est retrouvée, dont la densité est d'environ 0,3 g.cm^{-3}, équivalente à celle des échantillons de bois initial isolés. Entre la phase de bois initial et la fin du cerne, une augmentation progressive de la densité est observée, jusqu'à atteindre environ 0,8 g.cm^{-3} à la fin de l'échantillon. Compte tenu des artefacts situés en haut de l'image du cerne, la densité de la zone terminale de cet échantillon n'est pas connue. La ressemblance entre les profils des trois échantillons de bois final montre que le protocole d'échantillonnage a permis d'obtenir des échantillons avec des structures très proches et suggère qu'une augmentation de la densité devrait avoir lieu dans la zone terminale du cerne, caractéristique présente dans les échantillons BF1, BF2 et BF3.

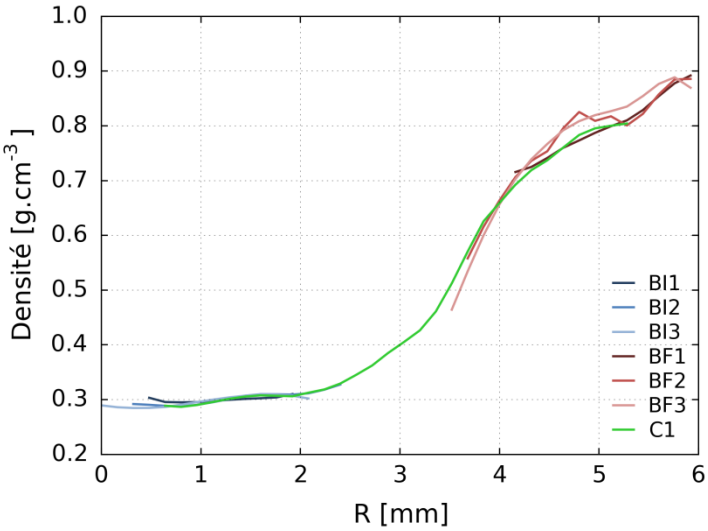


Figure 7.6 – Evolution radiale de la densité à 44% HR des échantillons de bois initial, de bois final et du cerne.

3.2. Comparaison des profils de déformations et de densité

La comparaison des profils radiaux de densité à 44% HR et de déformations hygromécaniques est dans un premier temps effectuée en les traçant en parallèle pour évaluer la corrélation spatiale entre ces paramètres. Cette analyse est réalisée pour les échantillons BI2, BF2 et C1 avec les profils de déformations induites par une variation d'humidité relative de 2 à 97% HR. Ces paramètres sont normalisés pour homogénéiser les échelles et pouvoir superposer les profils. La normalisation est effectuée par rapport aux valeurs minimales et maximales de la densité et des déformations afin

d'exprimer ces paramètres sur une échelle de 0 à 1 (amplitude). Les profils sont restreints aux positions radiales communes aux deux mesures.

Les déformations volumiques et la densité normalisées sont tout d'abord tracées en parallèle (Figure 7.7). Des allures très similaires entre les profils de déformations et de densité sont observées, montrant ainsi que les déformations volumiques sont fortement corrélées à la densité. Même dans le bois initial, où les variations de densité sont très faibles, les évolutions des déformations volumiques et de la densité sont cohérentes.

La corrélation entre les déformations radiales et la densité semble encore plus importante (Figure 7.8). En effet, les déformations radiales suivent la même évolution que la densité quel que soit le type d'échantillon. Par contre, le profil des déformations tangentielles, qui est beaucoup plus lisse que celui des déformations radiales, a une allure différente du profil de densité. Ainsi, les déformations radiales semblent être une signature de la densité, suggérant que les échantillons peuvent se déformer librement dans cette direction, alors que les différences entre les profils des déformations tangentielles et de la densité semblent montrer la présence d'interactions mécaniques au sein du cerne, mais aussi, de manière plus limitée, dans les échantillons de bois initial et de bois final.

Enfin, les déformations longitudinales évoluent dans le sens inverse à la densité dans l'échantillon de bois initial et dans le cerne. Lorsque la densité est plus faible, les déformations longitudinales sont plus élevées. Au contraire, dans le bois final, les déformations longitudinales augmentent avec la densité. A noter que la normalisation entraine une amplification importante de l'évolution radiale des déformations longitudinales dans le bois final, dont l'amplitude est très faible. Cette différence de relation entre le bois final et les deux autres échantillons n'est pour l'instant pas expliquée. Elle pourrait aussi être due aux interactions mécaniques induites par l'hétérogénéité. Les déformations associées à ces interactions, d'amplitude potentiellement comparable à la faible amplitude des déformations hygromécaniques longitudinales, pourraient être à l'origine de telles évolutions complexes.

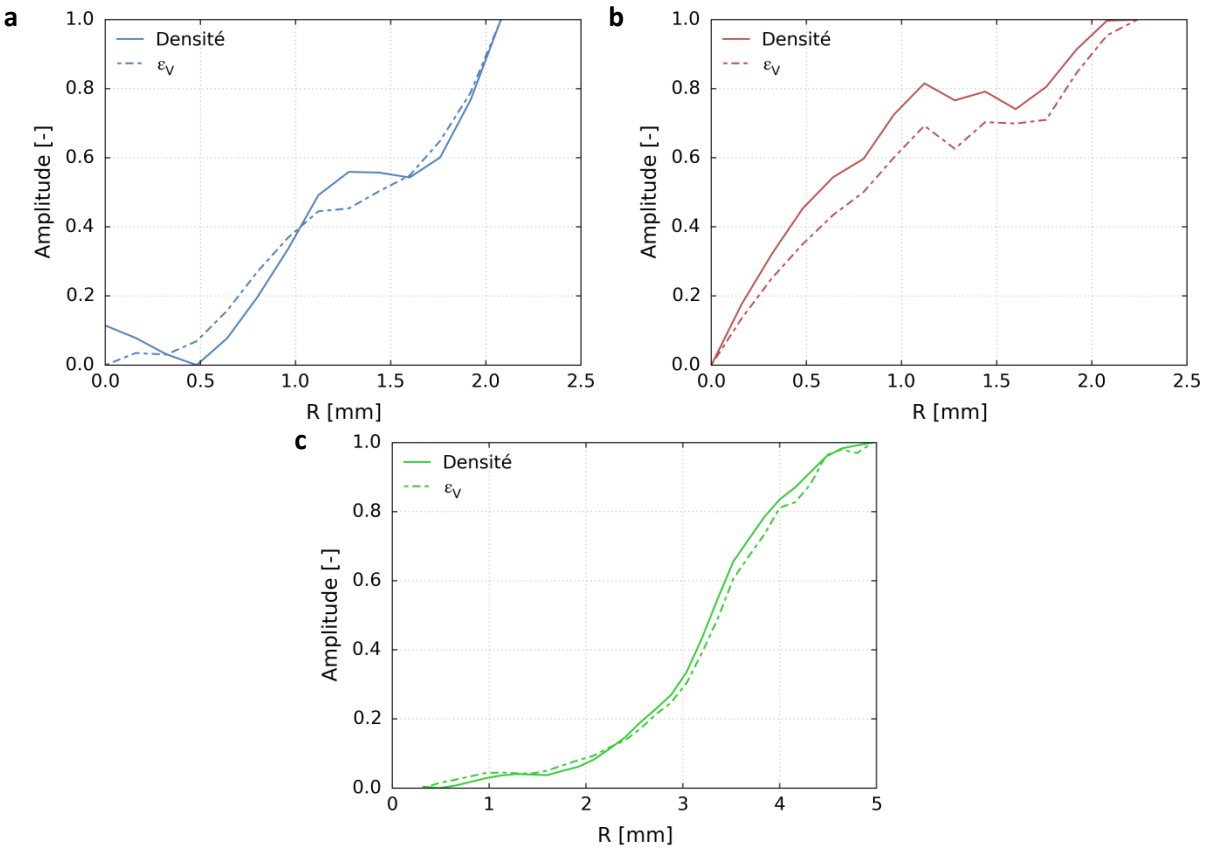


Figure 7.7 – Profils radiaux superposés de la densité normalisée à 44% HR et des déformations volumiques entre 2 et 97% HR normalisées. (a) Bois initial (BI2). (b) Bois final (BF2). (c) Cerne (C1).

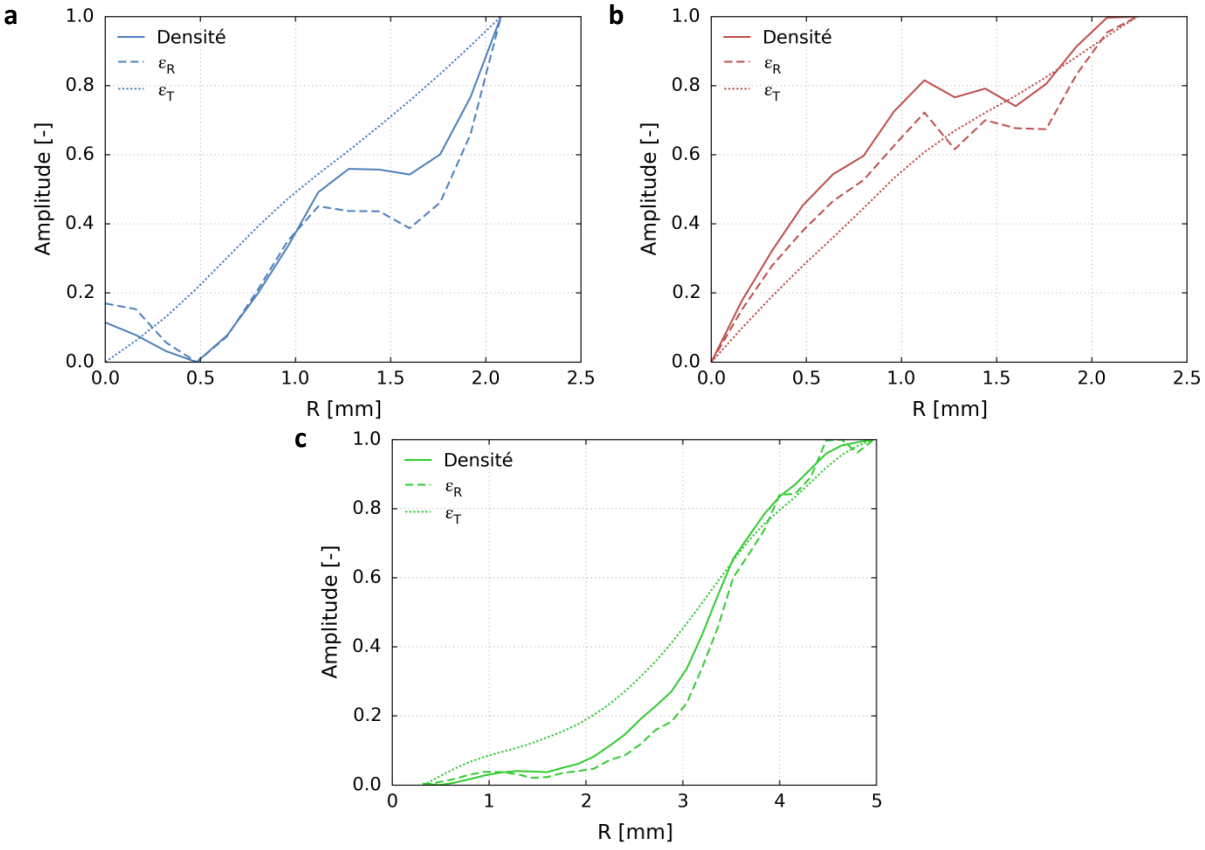


Figure 7.8 – Profils radiaux superposés de la densité à 44% HR normalisée et des déformations radiales et tangentielles entre 2 et 97% HR normalisées. (a) Bois initial (BI2). (b) Bois final (BF2). (c) Cerne (C1).

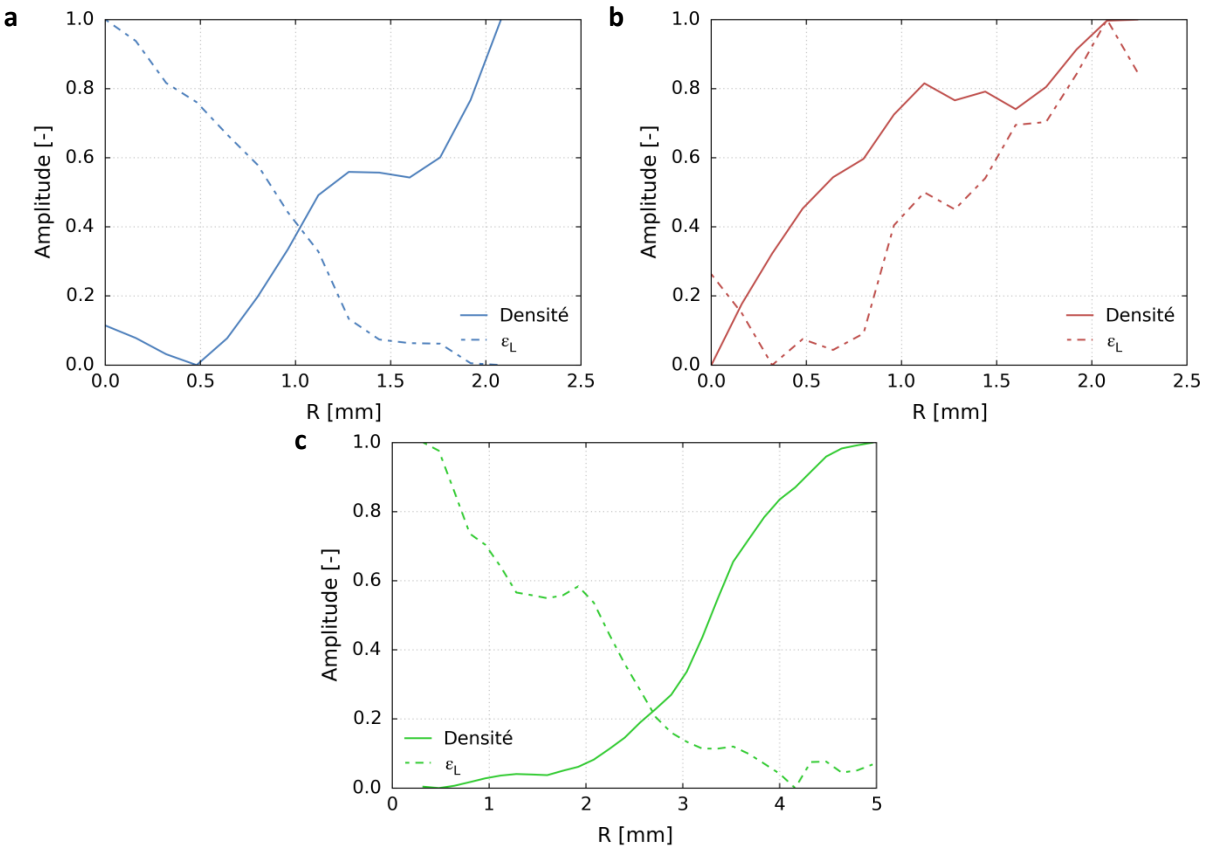


Figure 7.9 – Profils radiaux superposés de la densité à 44% HR normalisée et des déformations longitudinales entre 2 et 97% HR normalisées. (a) Bois initial (BI2). (b) Bois final (BF2). (c) Cerne (C1).

3.3. Relations densité – déformations

Les profils précédents ont montré des évolutions radiales cohérentes des déformations hygromécaniques et de la densité dans les échantillons. Une relation forte entre ces deux paramètres semble donc exister à cette échelle d'analyse. On rappelle que, contrairement à des matériaux poreux plus classiques, dont la phase solide est homogène et isotrope, les déformations hygromécaniques du bois sont liées à sa porosité, et donc à sa densité apparente, car la structure hétérogène de la paroi cellulaire permet de limiter les déformations du lumen, comme discuté dans le Chapitre 1.

Il est ainsi proposé de déterminer les relations entre la densité à 44% HR et les déformations hygromécaniques volumiques et principales induites par une variation hydrique de 2 à 97% HR (Figure 7.10). Pour obtenir de telles relations intra-cernes, les profils radiaux de densité et de déformation pour chaque échantillon sont mis en relation, compte tenu que ces deux paramètres ont été moyennés sur les mêmes domaines. Les relations de tous les échantillons sont ensuite tracées sur un même graphique pour étendre le domaine de densité. Ces relations pourront être comparées à celles obtenues dans le Chapitre 2 qui prennent en compte la variabilité inter-cernes.

- **Densité – déformations volumiques** : les déformations volumiques augmentent avec la densité dans l'ensemble du cerne. Cette relation n'est pas linéaire, en particulier, aux hautes densités, la pente de la courbe est plus élevée. Par ailleurs, la courbe n'est pas continue entre les différents types d'échantillons, bois initial, bois final et cerne, avec notamment un décalage aux hautes densités : les échantillons de bois final isolé se déforment plus que la phase de bois final du cerne.

- **Densité – déformations radiales** : une forte corrélation est observée entre ces deux paramètres révélant une évolution croissante des déformations radiales avec la densité, et dont la tendance peut être modélisée par un polynôme du second degré. Les trois types d'échantillon suivent quasiment la même relation.
- **Densité – déformations tangentielles :** une évolution croissante des déformations tangentielles avec la densité est aussi mise en évidence. En revanche, par rapport aux déformations radiales, il n'y a pas de continuité entre les trois types d'échantillon. La discontinuité de la relation densité – déformations volumiques est donc surtout due à celle des déformations tangentielles. Aux hautes densités, les déformations tangentielles des échantillons de bois final sont supérieures à celles du cerne. Cette différence de comportement entre les configurations isolée et couplée suggère la présence d'interactions mécaniques au sein des échantillons. Les échantillons de bois final étant moins hétérogènes que le cerne, leurs interactions internes devraient être plus faibles que celles du cerne, et ainsi, les déformations mesurées devraient être plus proches des déformations hydriques. Par ailleurs, cette relation a une allure polynômiale du troisième degré, comme cela sera montré plus précisément dans le paragraphe suivant. Cette allure est en accord avec celle obtenue par Botosso (1997) [43], mise en place à partir de mesures de déformations effectuées sur de nombreux échantillons de bois initial, bois de transition et bois final. L'utilisation d'une approche statistique entrainait cependant la présence d'une dispersion importante des mesures. Une analyse intra-cerne avec des mesures locales permet donc dans ce travail d'obtenir une relation plus étroite entre les déformations et la densité.
- **Densité – déformations longitudinales :** à l'opposé des déformations radiales et tangentielles, les déformations longitudinales décroissent avec la densité. Cette diminution est très brutale et a lieu aux faibles densités (environ < 0,35 $g.cm^{-3}$). Au-dessus de cette limite, les déformations longitudinales évoluent peu avec la densité et sont très faibles (phase de bois final) : une croissance des déformations longitudinales avec la densité est visible, mais très peu marquée. Par ailleurs, il y a un écart entre le bois final et le cerne, qui pourrait toutefois être dû à l'incertitude sur le gradient des déformations longitudinales.

Ainsi, des relations étroites intra-cerne entre les déformations hygromécaniques et la densité ont pu être établies, s'affranchissant des niveaux de variabilité inter-essences, inter-arbres et inter-cernes. La relation obtenue entre la densité et les déformations volumiques est très proche de celle établie dans le Chapitre 2 où la variabilité inter-cernes était prise en compte : pour une densité donnée, l'amplitude des déformations volumiques est du même ordre de grandeur avec ces deux relations, montrant ainsi leur pertinence.

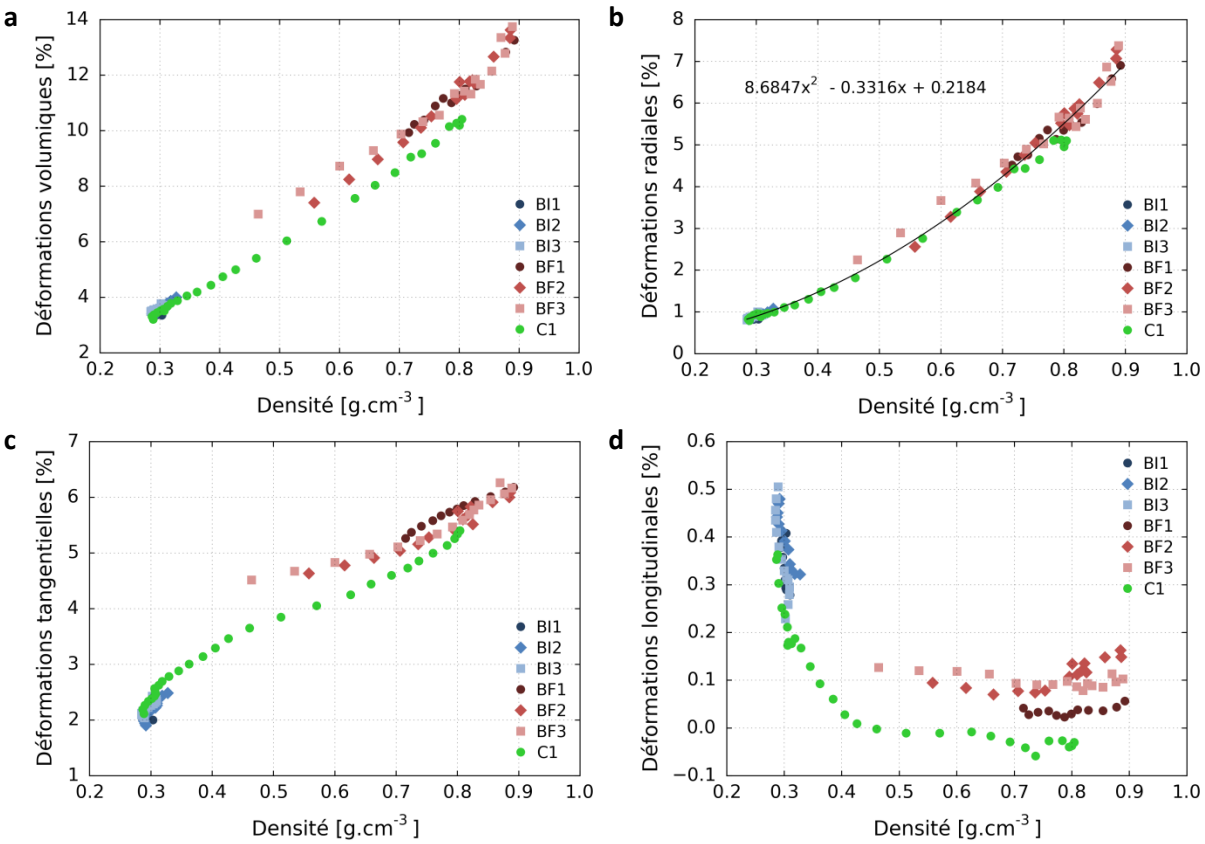


Figure 7.10 – Corrélation entre la densité locale et les déformations (a) volumiques, (b) radiales, (c) tangentielles et (d) longitudinales.

3.4. Evolution avec la teneur en eau

Ces relations sont tracées dans la Figure 7.11 pour différents états hydriques, entre 2% HR et cinq humidités relatives en conditions d'adsorption (23% HR cycle c, 44% HR cycle c, 65% HR cycle a, 80% HR cycle a et 97% HR cycle a), pour les échantillons BI2, BF2 et C1.

Des courbes de tendance polynomiales d'ordres 2 ou 3 sont ajustées aux données expérimentales pour avoir une description continue de la relation entre la densité et les déformations à chaque état hydrique. Afin de minimiser la prise en compte des interactions mécaniques dans ces relations, et d'obtenir des relations entre les déformations hydriques et la densité, ces courbes sont déterminées uniquement à partir des données du bois initial et du bois final, dont les contraintes mécaniques internes doivent être plus faibles que dans le cerne. Etant donné que l'on suspecte la présence d'interactions mécaniques au sein du bois final isolé, il est clair que l'utilisation du terme « déformations hydriques » est très simpliste.

Les allures des relations déformations – densité observées entre 2 et 97% HR sont conservées avec la teneur en eau. Ainsi, pour les déformations volumiques et radiales, la relation des déformations hydriques peut être modélisée par un polynôme du second ordre alors que pour les déformations tangentielles, un polynôme du troisième degré est nécessaire. Les déformations tangentielles du cerne (C1) s'écartent des courbes de tendance, en particulier aux hautes teneurs en eau, lorsque le niveau de déformation est élevé. Cet écart est aussi observé pour les déformations volumiques qui dépendent des déformations tangentielles. Les déformations tangentielles mesurées dans les échantillons de bois initial et de bois final devraient correspondre à une configuration plus libre que celle du cerne où une forte hétérogénéité de la densité et des propriétés existe. L'écart des déformations tangentielles du

cerne par rapport à la relation des déformations hydriques semble donc indiquer la présence d'interactions mécaniques au sein du cerne nécessaires afin d'assurer la compatibilité des déformations tangentielles.

Enfin, la relation déformations longitudinales – densité met en évidence deux domaines différents : pour les plus faibles densités, une décroissance importante des déformations avec la densité est observée alors que pour les densités supérieures, elles restent constantes. Cependant, même si l'allure de cette relation est conservée avec la teneur en eau, l'évolution des déformations longitudinales pour une densité donnée est difficilement mesurable car l'incertitude sur cette composante est trop importante vis-à-vis de l'amplitude des déformations.

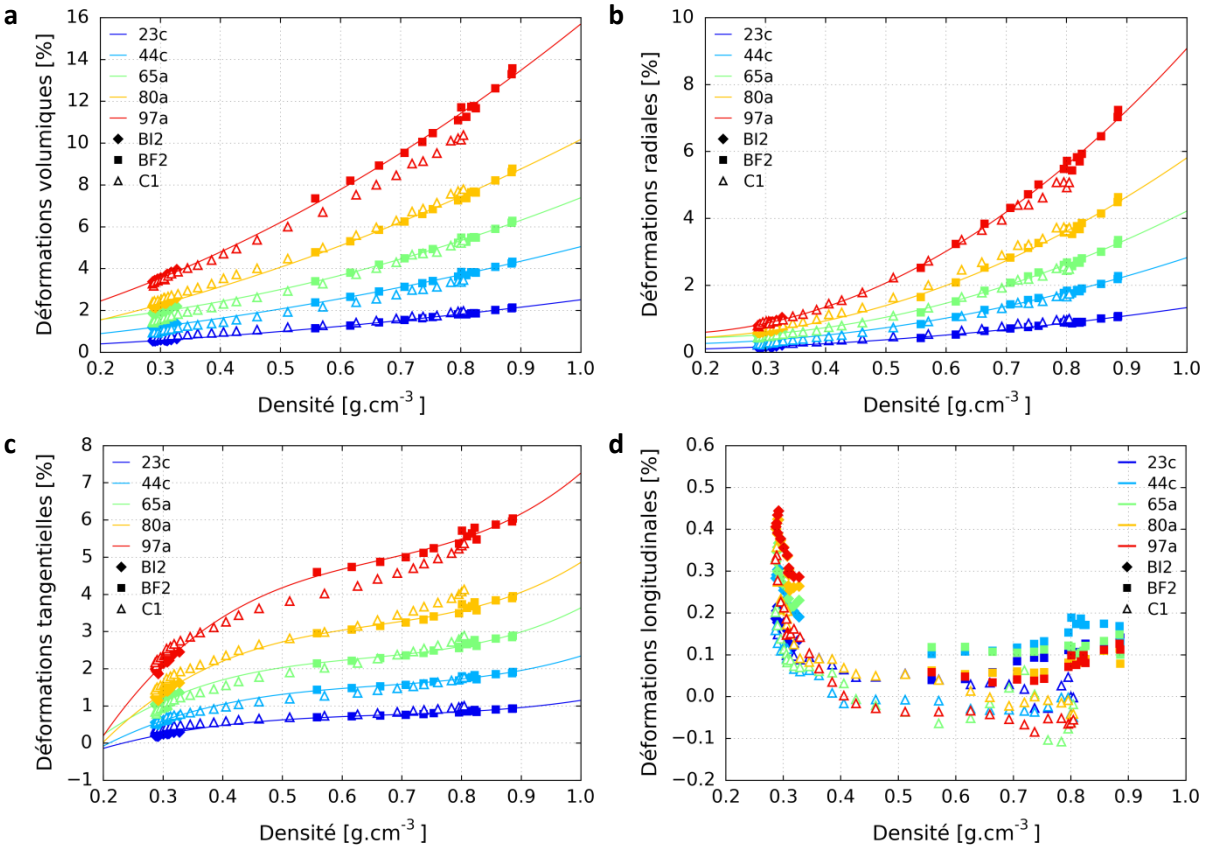


Figure 7.11 – Evolution des relations entre la densité à 44% HR et les déformations entre 2% HR et différentes humidités relatives. Déformations (a) volumiques, (b) radiales, (c) tangentielles et (d) longitudinales.

En conclusion sur cette partie, des relations très peu dispersées entre la densité et les déformations hygromécaniques sont constatées dans tout le domaine hygroscopique. L'hétérogénéité radiale des déformations, observées dans le Chapitre 6, semble donc être reliée à l'hétérogénéité radiale de la densité au sein des échantillons. Les différences de relations densité-déformations tangentielles entre les tissus isolés et le cerne suggèrent la présence d'interactions mécaniques au sein du cerne. Finalement, les évolutions des déformations volumiques, radiales et tangentielles sont relativement continues et régulières pour les trois types d'échantillon. L'analyse des déformations longitudinales révèle au contraire un comportement très différent entre le bois initial et le bois final. L'incertitude élevée des mesures de cette composante empêche toutefois d'aller au-delà de cette constatation purement qualitative.

4. Couplage du bois initial et du bois final

Cette partie est consacrée à l'étude du couplage entre le bois initial et le bois final dans le but de comprendre et prévoir le comportement hygromécanique d'un cerne complet. Ces interactions sont d'autant plus importantes à étudier car elles seraient, d'après la littérature, un des facteurs de l'anisotropie dans le plan transverse. Après une comparaison du comportement hygromécanique global des tissus isolés et du cerne, une analyse à l'échelle locale sera effectuée en superposant les profils de déformations des trois types d'échantillons.

4.1. Comparaison des comportements isolés et couplés

4.1.1. Analyse à l'échelle macroscopique

L'analyse du couplage bois initial-bois final est effectuée dans un premier temps à l'échelle macroscopique en comparant les déformations globales entre 2 et 97% HR du bois initial, du bois final et du cerne (Tableau 7.4).

Comme montré dans le Chapitre 6, le cerne a des déformations intermédiaires à celles du bois initial et du bois final. Ce comportement suggère que le cerne pourrait être considéré comme un simple assemblage de bois initial et de bois final, comme ce qui est souvent considéré dans la littérature. La loi des mélanges peut être utilisée pour évaluer les déformations du cerne dans le cas où il n'y a pas d'interactions mécaniques entre le bois initial et le bois final. Les déformations dans la direction j de ce composite s'expriment alors par :

$$\varepsilon_j^{cerne} = (1 - f_{BF})\varepsilon_j^{BI} + f_{BF}.\varepsilon_j^{BF} \quad (7.4)$$

où f_{BF} est la fraction volumique de bois final, ou texture, et $(1 - f_{BF})$ est la fraction volumique de bois initial.

Ce calcul est effectué avec $f_{BF} = 0,43$, texture du cerne 14 du côté 1 du barreau de Douglas mesurée dans le Chapitre 2 à partir de la couleur du cerne à l'échelle macroscopique. Les déformations ainsi estimées sont supérieures aux déformations mesurées dans le cerne (Tableau 7.4). Ce résultat sous-entend une éventuelle présence d'interactions mécaniques au sein du cerne.

Cependant, le Tableau 7.4 met en évidence des différences de variations de teneur en eau $\Delta w_{2\text{-}97}$ entre les trois types d'échantillons. Pour prendre en compte cette différence, les déformations du bois initial et du bois final sont extrapolées à une teneur en eau de 17,7% (teneur en eau du cerne) en utilisant les relations déformations-teneur en eau déterminées dans le Chapitre 6. Ce calcul n'est pas effectué pour les déformations longitudinales dont l'évolution n'est pas linéaire. L'homogénéisation de la teneur en eau dans les trois types d'échantillon entraine une augmentation des écarts entre les déformations estimées avec la loi des mélanges et les déformations mesurées dans le cerne. Ainsi, même si la différence de teneur en eau est prise en compte, des interactions entre le bois initial et le bois final semblent présentes.

Une hypothèse proposée antérieurement [24] sur les interactions bois initial-bois final suppose que, dans la direction tangentielle, le bois initial soit forcé de se déformer autant que le bois final lorsque ces deux matériaux sont couplés. Or, les déformations tangentielles du cerne (3,5%) sont bien

inférieures à celles du bois final (5,5% mesurées ou 6,0% extrapolées), ce qui ne va pas dans le sens de cette théorie.

Le comportement du cerne semble donc être compris entre ces deux modèles extrêmes : la loi des mélanges où les interactions bois initial-bois final sont nulles et le cas où le bois initial doit suivre complètement le bois final dans la direction tangentielle. De plus, ces deux théories considèrent que le cerne est constitué de deux matériaux homogènes, le bois initial et le bois final. Or, l'étude du comportement hygromécanique local a mis en évidence une forte hétérogénéité radiale des déformations radiales et tangentielles dans le bois final, ainsi qu'une hétérogénéité des déformations tangentielles dans le bois initial. Considérer ces deux matériaux homogènes semblent donc une hypothèse très simpliste. Le profil de densité du bois final a d'ailleurs confirmé l'hétérogénéité structurelle du bois final.

Tableau 7.4 – Déformations globales mesurées par DVC entre 2% HR (cycle b) et 97% HR (cycle a) du bois initial, du bois final (moyenne des trois échantillons appariés) et du cerne. Première partie : résultats expérimentaux. Deuxième partie : déformations extrapolées pour avoir Δw identique dans les trois types d'échantillons.

		Δw [%]	ε_R [%]	ε_T [%]	ε_L [%]	ε_V [%]	$\varepsilon_T/\varepsilon_R$ [-]
Variations de teneur en eau expérimentales	**Bois initial**	14,29	0,89	2,22	0,28	3,39	2,50
	Bois final	16,21	5,13	5,49	-0,01	10,62	1,07
	Cerne	17,68	2,35	3,55	0,01	5,92	1,51
	Moyennes pondérées	-	2,71	3,63	0,16	6,50	1,34
Variations de teneur en eau homogénéisées	**Bois initial**	17,68	1,10	2,75	0,28	4,19	2,51
	Bois final	17,68	5,61	5,98	-0,01	11,58	1,07
	Cerne	17,68	2,35	3,55	0,01	5,92	1,51
	Moyennes pondérées	-	3,04	4,14	0,16	7,37	1,36

4.1.2. Analyse à l'échelle locale

Les profils de densité des échantillons ont montré que le cerne devrait plus avantageusement être vu comme un matériau à gradient local de densité plutôt qu'un matériau bicouche formé de bois initial et bois final. Pour mettre en évidence la présence d'interactions mécaniques au sein du cerne, une comparaison locale des déformations hygromécaniques du bois initial et du bois final entre leurs configurations isolées (bois initial et bois final séparés) et couplées (zones de bois initial et de bois final dans le cerne) est donc effectuée. La méthode de positionnement radial relatif des échantillons, à partir de leur profil de densité, est utilisée pour cette comparaison.

Cette étude est effectuée pour les déformations entre 2 et 97% HR et 2 et 44% HR (cycle b), afin d'avoir deux niveaux de déformation différents. De plus, tous les échantillons ont été analysés par DVC pour ces états hydriques. Les trois échantillons appariés de bois initial et de bois final seront donc présentés pour vérifier la reproductibilité des observations. L'analyse est effectuée pour les déformations principales.

Déformations radiales

Une relation étroite entre les déformations radiales et la densité du bois a été mise en évidence au début de ce chapitre. De plus, la relation est similaire dans les échantillons isolés et dans le cerne. Ces résultats semblent indiquer que peu d'interactions mécaniques sont présentes au sein du cerne dans la direction radiale, et seraient en cohérence avec la disposition en série des constituants du cerne

dans cette direction. Pour vérifier si les interactions sont faibles dans la direction radiale, la comparaison des profils radiaux des déformations radiales du bois initial, du bois final et du cerne est effectuée.

Les déformations radiales dans la phase de bois initial sont similaires dans les configurations isolées (BI1, BI2 et BI3) et couplées (C1) pour les deux états hydriques étudiés (Figure 7.12). Les interactions mécaniques dans la direction radiale semblent donc absentes dans la phase de bois initial du cerne. Le bois initial serait ainsi libre de se déformer radialement lorsqu'il est couplé au bois final. Cette observation est aussi valable dans la phase de bois final entre 2 et 44% HR et entre 2 et 97% HR si l'on considère l'échantillon BF1. Pour cet état hydrique, un écart plus important est observé pour les échantillons BF2 et BF3, qui pourrait être lié à un effet de variabilité entre le cerne et ces échantillons.

En effet, les profils des déformations radiales des échantillons C1 et BF1 sont très ressemblants. Ces échantillons ont été prélevés à la même position tangentielle dans le cerne 14, comme le montre le schéma des prélèvements dans le barreau de Douglas (Figure 7.13). Les profils des échantillons BF2 et BF3 présentent aussi une forte ressemblance ce qui est cohérent avec leur position de prélèvement. La variabilité dans la direction longitudinale est connue pour être très faible alors qu'il est très probable qu'elle soit plus élevée dans la direction tangentielle, en particulier dans notre matériau d'étude qui présente une asymétrie par rapport au cœur. Par conséquent, ces courbes suggèrent que la comparaison entre C1 et BF1 est plus pertinente car ils sont prélevés à une même position tangentielle, alors que la comparaison entre C1 et BF2 ou BF3 pourrait être alterée par un facteur de variabilité.

Par conséquent, il peut être déduit que peu d'écart entre les profils des tissus isolés et du cerne est observé, confirmant que les interactions mécaniques sont très faibles dans la direction radiale.

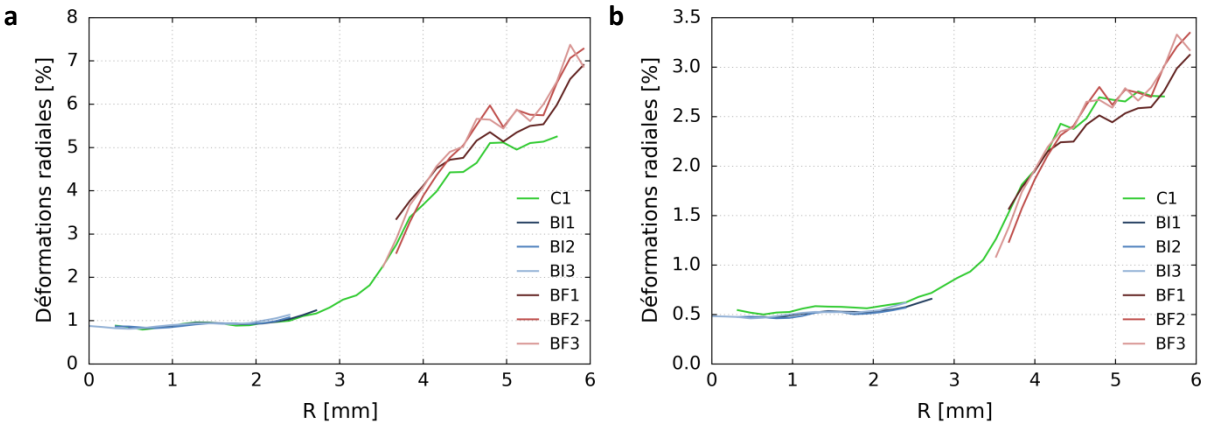


Figure 7.12 – Profils radiaux des déformations radiales du cerne et des trois échantillons appariés de bois initial et de bois final. Entre 2% HR et (a) 97% HR (cycle a), (b) 44% HR (cycle b).

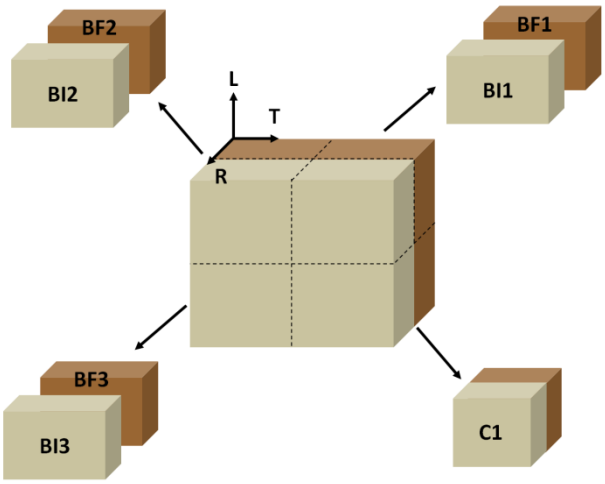


Figure 7.13 – Position relative des échantillons dans le barreau de Douglas.

Déformations tangentielles

Une analyse similaire est réalisée pour les déformations tangentielles qui ont des profils beaucoup plus réguliers (Figure 7.14).

Dans la phase de bois initial, les déformations tangentielles sont un peu plus faibles dans la configuration isolée que dans la configuration couplée pour les deux états hydriques étudiés. La prise en compte de la différence de teneur en eau entre les échantillons impliquerait une réduction de cet écart. Ainsi, ces courbes amènent à penser que le comportement hygromécanique dans la phase de bois initial est peu altéré par le couplage avec le bois final.

Dans la phase de bois final, le comportement semble plus complexe. Entre 2 et 97% HR, les déformations tangentielles des échantillons isolés sont plus élevées que dans le cerne. Cet écart devrait être augmenté si la teneur en eau était corrigée. Des écarts similaires sont mesurés avec un comparateur comme indiqué dans le Tableau 7.5. Ces écarts révèlent la présence d'interactions mécaniques au sein du cerne dans la direction tangentielle. Entre 2 et 97% HR, les écarts sont plus élevés dans la phase de bois final que dans la phase de bois initial et suggèrent que le bois final n'arrive pas à se déformer autant qu'il le souhaiterait lorsqu'il est associé au bois initial. Cette observation est contre-intuitive car le bois initial est moins dense et moins rigide que le bois final.

Les théories proposées dans la littérature annoncent que le bois final devrait être peu impacté par le couplage alors que le bois initial devrait être forcé de se déformer plus lorsqu'il est couplé au bois final. Ces théories ne sont donc pas en accord avec les résultats expérimentaux. Cependant, elles considèrent généralement le cerne comme un matériau bicouche constitué de bois initial et de bois final homogènes. Or, les profils radiaux de densité et de déformations ont montré que des hétérogénéités radiales sont déjà présentes dans ces constituants. Pour mieux comprendre les phénomènes d'interactions intra-cerne et réussir à prévoir le comportement hygromécanique du cerne, la prise en compte de cette hétérogénéité radiale semble nécessaire.

Par ailleurs, un tel écart entre les configurations isolée et couplée observé dans la phase de bois final n'est pas observé pour les déformations entre 2 et 44% HR, pour lequel les déformations tangentielles des échantillons de bois final isolés sont même légèrement inférieures à celles du cerne. La prise en compte de la différence de teneur en eau devrait tendre à réduire cet écart. Cette

observation semble donc montrer que les phénomènes d'interactions mécaniques intra-cerne pourraient évoluer avec la teneur en eau, montrant ainsi toute la complexité du problème.

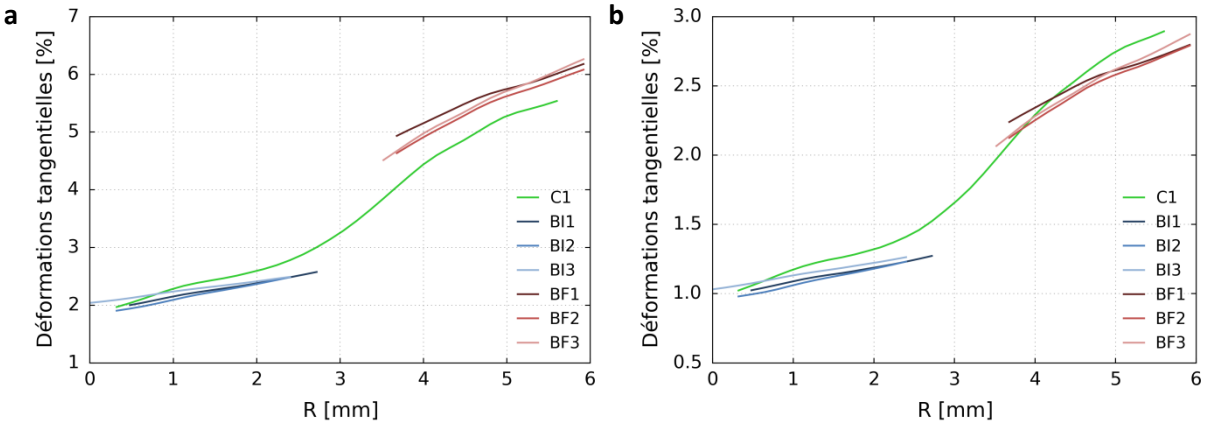


Figure 7.14 – Profils radiaux des déformations tangentielles du cerne et des trois échantillons appariés de bois initial et de bois final. Entre 2% HR et (a) 97% HR (cycle a), (b) 44% HR (cycle b).

Tableau 7.5 – Déformations macroscopiques du bois initial et du bois final dans les configurations isolée et couplée mesurées avec un comparateur. µ correspond à la moyenne des déformations de trois échantillons appariés.

	Bois initial					**Bois final**				
	isolé				**couplé**	**isolé**				**couplé**
	BI1	**BI2**	**BI3**	**µ**	**C1**	**BF1**	**BF2**	**BF3**	**µ**	**C1**
2-97% HR	2,44%	2,27%	2,23%	2,31%	2,44%	6,08%	5,59%	5,47%	5,71%	5,29%
2-44% HR	1,11%	1,05%	1,09%	1,08%	1,11%	2,65%	2,46%	2,31%	2,47%	2,60%

Déformations longitudinales

La comparaison des déformations longitudinales entre les configurations isolée et couplée est finalement effectuée (Figure 7.15). Celle-ci est difficile car les amplitudes de ces déformations sont du même ordre de grandeur que les incertitudes. On décide donc de ne présenter que les déformations entre 2 et 97% HR qui semblent suffisantes pour les conclusions que l'on peut obtenir.

Sans analyser les écarts entre les différents échantillons, la superposition des profils des déformations longitudinales permet quand même de montrer que le couplage entre les deux types de bois ne semble pas impacter la répartition des déformations longitudinales, plus élevées dans la phase de bois initial que dans la phase de bois final. La décroissance rapide des déformations longitudinales du cerne dans la phase de bois initial aurait pu être interprétée comme un effet de couplage pour assurer la compatibilité des déformations longitudinales selon la direction radiale, de la même manière que pour la composante tangentielle. Toutefois, cette décroissance est quasiment identique à celle du bois initial isolé, suggérant qu'il n'en est rien, et que cette décroissance est intrinsèque au matériau.

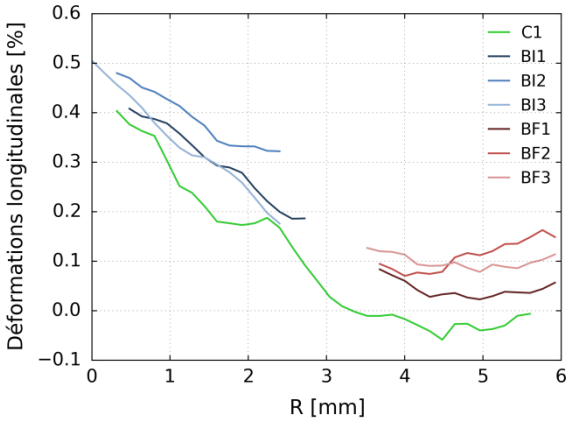


Figure 7.15 – Profils radiaux des déformations longitudinales entre 2 et 97% HR (cycle a) du cerne et des trois échantillons appariés de bois initial et de bois final.

5. Courbure des échantillons

Les profils radiaux des déformations ont montré la présence d'un gradient radial des déformations tangentielles dans le bois initial et dans le bois final. Ce gradient induit une courbure des échantillons, signature de l'hétérogénéité du comportement hygromécanique.

La détermination des courbures des échantillons de bois initial et de bois final, par rapport à l'état 2% HR, à partir des gradients de déplacement locaux obtenus par DVC est proposée. Les objectifs sont de montrer l'impact de l'hétérogénéité radiale sur le comportement hygromécanique à l'échelle des tissus et de comparer les variations de courbure des échantillons de bois initial et de bois final isolés afin de discuter de la conséquence sur leur couplage, et en particulier révéler les interactions mécaniques induites par des différences de courbure. Ces calculs ont été réalisés dans le cadre du stage de Co Dao [138].

5.1.1. Mise en évidence de la courbure

La déformée des échantillons de bois initial et de bois final entre 2 et 97% HR montre la présence d'une courbure de leurs plans RL autour de l'axe L (Figure 7.16). Cette courbure avait été aussi observée lors des mesures de déformations avec le comparateur. Les autres composantes de la courbure semblent négligeables face à celle-ci.

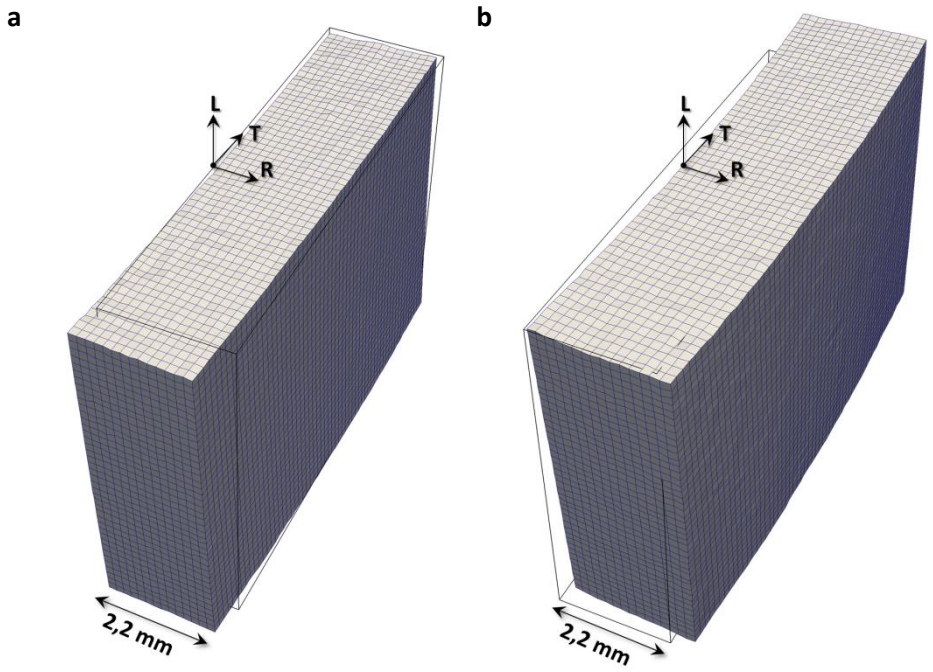


Figure 7.16 – Déformées des échantillons de (a) bois initial (BI2) et (b) bois final (BF2) entre 2 et 97% HR. Facteur d'amplification x3.

5.1.2. Calcul de la variation de courbure

La variation de courbure des échantillons est déterminée à partir du tenseur gradient de la transformation $\overline{\overline{F}}$ local, mesuré par DVC :

$$\overline{\overline{F}} = \begin{bmatrix} F_{RR} & F_{RT} & F_{RL} \\ F_{TR} & F_{TT} & F_{TL} \\ F_{LR} & F_{LT} & F_{LL} \end{bmatrix} \tag{7.5}$$

En partant d'une configuration de référence supposée non courbée, ce calcul conduit à la courbure de l'état déformé. Par abus de langage, le terme « courbure » sera employé, mais le phénomène quantifié est une variation de courbure par rapport à un état de référence, qui sera ici 2% HR.

Définition de la courbure

Cette définition est valable sous l'hypothèse que les déformations et les rotations sont infinitésimales. La courbure est reliée à la variation spatiale du tenseur des rotations infinitésimales $\overline{\overline{\omega}}$. Ce tenseur correspond à la partie antisymétrique du tenseur gradient de déplacement $\overline{\overline{\nabla u}}$, alors que le tenseur des déformations infinitésimales $\overline{\overline{\varepsilon}}$ correspond à sa partie symétrique :

$$\overline{\overline{\nabla u}} = \overline{\overline{\varepsilon}} + \overline{\overline{\omega}} \tag{7.6}$$

La partie antisymétrique du tenseur gradient de déplacement, correspondant à $\overline{\overline{\omega}}$, est par définition :

$$\overline{\overline{\omega}} = \frac{1}{2}\left(\overline{\overline{\nabla u}} - {}^{t}\overline{\overline{\nabla u}}\right) \tag{7.7}$$

La relation entre le tenseur gradient de la transformation et le tenseur gradient de déplacement est :

$$\overline{\overline{F}} = \overline{\overline{1}} + \overline{\overline{\nabla u}} \tag{7.8}$$

d'où :

$$\overline{\overline{\omega}} = \frac{1}{2}\left(\overline{\overline{F}} - {}^{t}\overline{\overline{F}}\right) \tag{7.9}$$

Les coefficients de la matrice $\overline{\overline{\omega}}$ sont liés aux composantes du vecteur de rotation local θ_R, θ_T et θ_L, correspondant aux angles rotation autour des axes $\underline{x_R}$, $\underline{x_T}$ et $\underline{x_L}$ respectivement :

$$\overline{\overline{\omega}} = \begin{bmatrix} 0 & \omega_{RT} & \omega_{RL} \\ \omega_{TR} & 0 & \omega_{TL} \\ \omega_{LR} & \omega_{LT} & 0 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 0 & -\theta_L & \theta_T \\ \theta_L & 0 & -\theta_R \\ -\theta_T & \theta_R & 0 \end{bmatrix} \tag{7.10}$$

Les angles de rotation en fonction du tenseur gradient de la transformation s'écrivent donc :

$$\theta_R(x_T, x_L) = \omega_{LT} = \frac{1}{2}(F_{LT} - F_{TL}) \tag{7.11}$$

$$\theta_T(x_R, x_L) = \omega_{RL} = \frac{1}{2}(F_{RL} - F_{LR}) \tag{7.12}$$

$$\theta_L(x_R, x_T) = \omega_{TR} = \frac{1}{2}(F_{TR} - F_{RT}) \tag{7.13}$$

A partir des angles de rotation locaux, les six courbures $\chi_{i/j}$, où i est la direction de l'axe de rotation et j est la direction de la tangente à la courbe, avec i≠j, peuvent être calculées par l'équation (7.14).

$$\chi_{i/j} = \frac{d\theta_i(x_j)}{dx_j} \text{ avec } i, j = \{R, T, L\} \text{ et } i \neq j \tag{7.14}$$

Notons que cette expression pour le cas où i=j correspond non plus à une courbure, mais à une torsion.

Calcul de la courbure à partir des gradients de déplacement locaux

D'après les observations des déformées des échantillons de bois initial et de bois final, la courbure principale observée est la courbure $\chi_{L/T}$. De plus, ces déformées montrent que la courbure correspond à une rotation moyenne des plans RL autour de l'axe L, illustrée dans la Figure 7.17. Ainsi, le tenseur gradient de transformation $\overline{\overline{F}}$ local est moyenné selon les directions L et R, ce qui permet d'obtenir relation 1D de l'angle de rotation θ_L en fonction de la direction T.

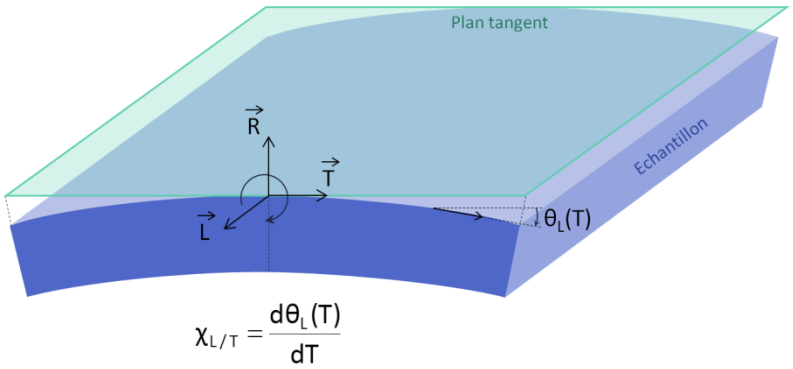


Figure 7.17 – Représentation schématique de la courbure $\chi_{L/T}$.

L'échantillon de bois final BF2 entre 2 et 97% HR est pris pour exemple pour illustrer l'évolution de l'angle θ_L dans la direction T en présence d'une courbure de l'échantillon (Figure 7.18). Une évolution linéaire de θ_L avec la position tangentielle est observée. La courbure moyenne $\chi_{L/T}$ de l'échantillon correspond à la pente de la courbe $\theta_L = f(x_T)$. Dans le cas où il n'y aurait pas de courbure, θ_L n'évoluerait pas dans la direction tangentielle.

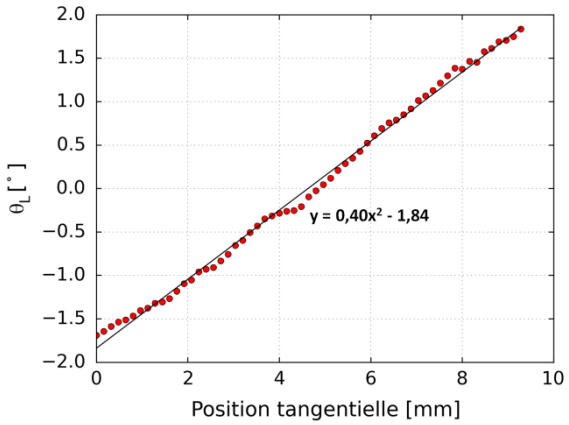


Figure 7.18 – Evolution de l'angle de rotation θ_L dans la direction tangentielle de l'échantillon BF2 entre 2 et 97% HR.

5.1.3. Résultats

La courbure $\chi_{L/T}$ entre 2 et 97% HR des échantillons de bois initial et de bois final est tout d'abord quantifiée (Tableau 7.6). Cette courbure est plus élevée dans les échantillons de bois final que dans les échantillons de bois initial. La comparaison entre les valeurs obtenues pour des échantillons appariés montre que ce phénomène est reproductible. Notons que les autres courbures ont été calculées et se sont révélées très faibles par rapport à la composante $\chi_{L/T}$ (<0,03°/mm), excepté la courbure $\chi_{T/L}$ qui vaut 0,07°/mm dans le bois initial, sans doute liée au gradient des déformations longitudinales dans la direction radiale, qui n'est en revanche pas présent dans le bois final.

Tableau 7.6 – Courbures moyennes $\chi_{L/T}$ des échantillons de bois initial et de bois final entre 2 et 97%HR.

	Bois initial			Bois final		
	BI1	**BI2**	**BI3**	**BF1**	**BF2**	**BF3**
$\chi_{L/T}$ [°/mm]	0,17	0,17	0,11	0,34	0,40	0,42

L'évolution de la courbure $\chi_{L/T}$ par rapport à 2% HR avec la teneur en eau est donnée dans la Figure 7.19 pour les échantillons BI2 et BF2. Une différence de courbure entre le bois initial et le bois final est mise en évidence dans tout le domaine hygroscopique. De plus, la courbure augmente avec la teneur en eau : plus la variation de teneur en eau par rapport à l'état de référence est importante, plus la courbure est élevée.

Par ailleurs, alors que la courbure du bois final évolue de la même manière entre l'adsorption et la désorption, une hystérésis est mise en évidence dans le bois initial, qu'il n'est pas possible d'expliquer pour le moment.

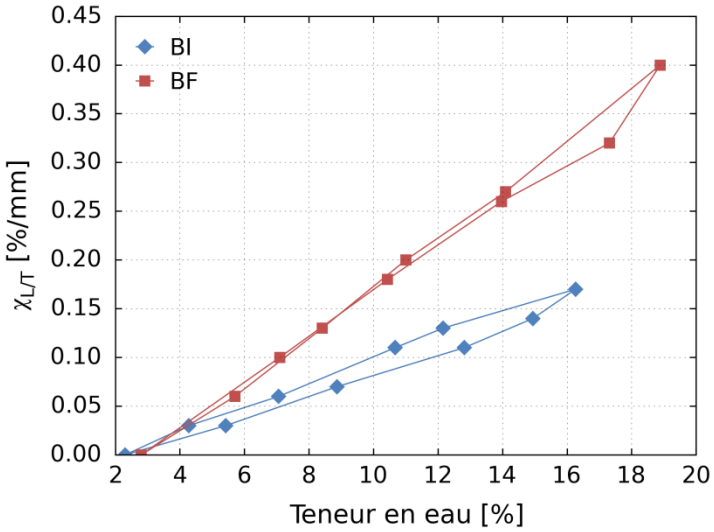


Figure 7.19 – Evolution de la courbure $\chi_{L/T}$ par rapport à 2%HR des échantillons de bois initial (BI2) et de bois final (BF2) en fonction de la teneur en eau.

Cette courbure reflète l'hétérogénéité radiale des propriétés hydriques dans les échantillons. Comme l'ont montré les profils radiaux de densité et de déformations radiales, le bois final isolé est très hétérogène. Il peut donc lui-même être représenté par un matériau stratifié dont les couches sont empilées dans la direction radiale. Chaque couche veut se déformer différemment lorsque l'échantillon est soumis à des variations hydriques du fait de la relation très peu dispersée entre la densité et les déformations hygromécaniques montrée précédemment. Afin d'assurer la compatibilité des déformations tangentielles entre les couches voisines, observée au travers la régularité de leur profil radial, l'échantillon est obligé de se courber (Figure 7.20). La présence d'une courbure des échantillons de bois final isolés pouvait donc être attendue du fait de sa forte hétérogénéité. En revanche, la présence d'une telle courbure des échantillons de bois initial, bien que son amplitude soit moins élevée que celle des échantillons de bois final, révèle donc que le bois initial lui-même est suffisamment hétérogène pour qu'une courbure apparaisse, ce qui n'était pas suspecté du fait de ses profils de densité et de déformations relativement homogènes. Une représentation du bois initial par un matériau à gradient local de propriétés semble donc aussi être plus appropriée que de le considérer comme un matériau homogène.

Par ailleurs, la différence de courbure entre les échantillons de bois initial et de bois final isolés suggère que, lorsque les deux tissus sont assemblés, des contraintes mécaniques sont générées pour que leurs courbures s'adaptent. Ces résultats suggèrent donc que des interactions mécaniques existent au sein du cerne du fait du couplage du bois initial et du bois final qui ne veulent pas se courber autant. Les interactions mécaniques dans le cerne pourraient donc être importantes à la transition entre le bois initial et le bois final.

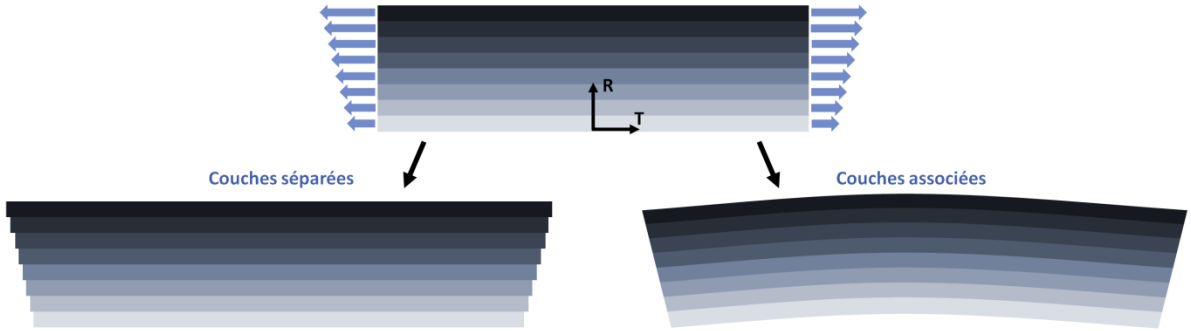


Figure 7.20 – Courbure induite par l'hétérogénéité radiale du gonflement tangentiel.

Ainsi, cette étude a permis de montrer que l'hétérogénéité radiale des propriétés hydriques au sein des échantillons de bois initial et de bois final était à l'origine d'une variation de courbure lorsqu'ils sont soumis à des variations hydriques. La différence de courbure des échantillons de bois initial et de bois final suggère finalement la présence d'interactions mécaniques au sein du cerne.

6. Conclusion

Les mesures de densité locale du bois, à partir d'images de µTRX, ont permis d'évaluer l'évolution radiale de la densité au sein du cerne. Une hétérogénéité radiale de la densité dans le bois final a été mise en évidence ainsi qu'une évolution progressive de la densité au niveau de la transition bois initial-bois final. Ces résultats suggèrent donc de décrire le cerne non plus comme un matériau bicouche mais comme un matériau multicouches dont la densité et les propriétés qui en découlent évoluent continûment d'un bout à l'autre du cerne. Des relations entre la densité et les déformations hygromécaniques ont été établies à l'échelle locale grâce aux mesures de densité locale et des analyses par DVC, deux mesures effectuées sur les mêmes images de µTRX. Les déformations radiales et tangentielles augmentent régulièrement avec la densité du bois. Les déformations longitudinales, beaucoup plus faibles, ont en revanche un comportement inverse, étant plus faible dans le bois final et avec une évolution radiale très intense dans le bois initial. Ces déformations ne sont pas aussi clairement corrélées avec la densité que les déformations transversales. L'allure des relations entre les déformations et la densité est similaire dans tout le domaine hygroscopique.

Grâce au positionnement relatif radial des échantillons mis au point à partir de leurs profils de densité, une comparaison spatiale des déformations des tissus isolés et du cerne a été effectuée. Un phénomène de couplage complexe entre le bois initial et le bois final a été mis en évidence, montrant notamment que le bois final semble être plus impacté par le couplage que le bois initial. Ce résultat ne va pas dans le sens des théories déjà existantes qui prédisent, en considérant le cerne comme un matériau bicouche, que le comportement hygromécanique du bois final resterait le même lorsqu'il est isolé ou associé au bois initial, alors que le bois initial serait forcé de se déformer plus pour pouvoir suivre le bois final, dont la densité et les propriétés mécaniques sont plus élevées. De plus, les mécanismes de couplage semblent ne pas être les mêmes dans tout le domaine hygroscopique.

Par ailleurs, une courbure des échantillons de bois initial et de bois final a été mise en évidence, reflétant l'hétérogénéité radiale des déformations tangentielles. Cette observation montre la

nécessité de prendre en compte l'hétérogénéité radiale des propriétés des tissus isolés et de ne pas les considérer comme des matériaux homogènes. Une différence de courbure entre les échantillons de bois initial et de bois final suggère la présence d'interactions mécaniques au sein du cerne.

Une étude plus approfondie des phénomènes de couplage dans le cerne semble nécessaire afin de comprendre les interactions entre le bois initial et le bois final. La présence de l'hétérogénéité radiale de la structure et des propriétés du cerne et des bois isolés pourrait être à l'origine de ce couplage complexe.

Une telle étude pourrait être effectuée à travers la mise en place d'un modèle prenant en compte le caractère multicouche du cerne et les gradients locaux de ses propriétés. Ce modèle pourrait aussi permettre la prévision du comportement hygromécanique du cerne et pourrait être étendu à l'échelle multi-cernes. Dans le chapitre suivant, un modèle par éléments finis est développé dans cet esprit, en utilisant les mesures expérimentales de ces deux derniers chapitres. Les profils de densité locale pourront être utilisés comme données d'entrée pour définir les propriétés de chaque couche du cerne, et les relations densité-déformations pour déterminer le coefficient de gonflement de chaque couche.

Chapitre 8 – Modélisation du comportement hygromécanique à l'échelle du cerne

1. Introduction

Des interactions complexes au sein du cerne ont été montrées dans le chapitre précédent, mettant en évidence un mécanisme plus compliqué qu'un simple pilotage par l'un des deux tissus comme ce qui est généralement proposé dans la littérature. Cependant, le cerne est souvent représenté par un matériau bicouche alors qu'une hétérogénéité radiale de la densité est présente sur toute l'épaisseur du cerne. Un premier outil de modélisation du comportement hygromécanique est donc proposé dans ce chapitre en prenant en compte les gradients locaux de propriétés hydriques et mécaniques en vue de mieux comprendre les observations expérimentales et donner une première estimation des variations de contraintes mécaniques qui apparaissent au sein des tissus isolés et du cerne lorsqu'ils sont soumis à des sollicitations hydriques. Les échantillons sont modélisés par des matériaux composites stratifiés, dont les couches ont des propriétés hydriques et mécaniques différentes. L'ingrédient de base du modèle est la densité locale qui a été mesurée pour chaque échantillon dans le chapitre précédent. Les propriétés hydriques sont alors déterminées à partir des relations expérimentales entre la densité et les déformations hydriques tandis que les propriétés mécaniques sont déterminées à partir de données de la littérature.

La première partie de ce chapitre présente la construction du modèle et la mise en place des données d'entrée nécessaires. Les comportements hygromécaniques modélisés du bois initial, du bois final et du cerne sont ensuite analysés puis confrontés aux résultats expérimentaux. Ce modèle a été développé dans le cadre du stage de master II de Co Dao [138].

2. Description du modèle

2.1. Formulation du problème hygromécanique

Le modèle repose sur un ensemble d'hypothèses sur la structure du bois qui permettent d'admettre des symétries du matériau et de simplifier la formulation du problème. Ces hypothèses établies par Guitard (1987) [37] sont données dans le Chapitre 1. Dans ce modèle, le bois est ainsi supposé être, à l'échelle du cerne, un milieu continu, élastique et qui admet une symétrie orthotrope.

La modélisation du comportement hygromécanique du bois soumis à des variations d'humidité relative – auxquelles sont associées des variations de teneur en eau – peut être traitée de manière équivalente à un problème thermo-élastique linéaire, dans lequel la dilatation thermique est remplacée par le gonflement hydrique et la teneur en eau joue le rôle de la température. L'humidité relative aurait pu être choisie à la place de la teneur en eau, mais la linéarité de la relation entre les

déformations et la teneur en eau et l'absence d'hystérésis des déformations en fonction de la teneur en eau entre l'adsorption et la désorption permet de simplifier le problème. Par ailleurs, il a été vérifié qu'à l'équilibre hydrique, la teneur en eau est quasiment uniforme dans tout l'échantillon. La teneur en eau peut donc être considérée comme un paramètre de chargement uniformément imposé dans tout l'échantillon sans qu'il soit nécessaire de calculer un champ de teneur en eau à l'équilibre, induit par l'humidité relative imposée. On note toutefois que cette teneur en eau uniforme ne prend pas la même valeur pour une humidité relative imposée en conditions d'adsorption ou de désorption.

Ces déformations hydriques $\boldsymbol{\varepsilon}^{\mathbf{h}}$ peuvent induire des contraintes internes dans le bois du fait de l'hétérogénéité de sa structure et de ses propriétés, rendant potentiellement incompatible le champ des déformations hydriques seules induites par une variation de teneur en eau. Ces contraintes sont associées à des déformations dites mécaniques $\boldsymbol{\varepsilon}^{\mathbf{m}}$ rendant le champ des déformations hygromécaniques $\boldsymbol{\varepsilon}$ compatible :

$$\boldsymbol{\varepsilon} = \boldsymbol{\varepsilon}^{\mathbf{h}} + \boldsymbol{\varepsilon}^{\mathbf{m}} \tag{8.1}$$

Ce couplage hygromécanique est illustré par la Figure 8.1. Le champ total des déformations $\boldsymbol{\varepsilon}$ est celui associé à la transformation de l'échantillon entre les deux états d'équilibre hydrique. Il correspond au champ des déformations mesurées expérimentalement dans les chapitres précédents.

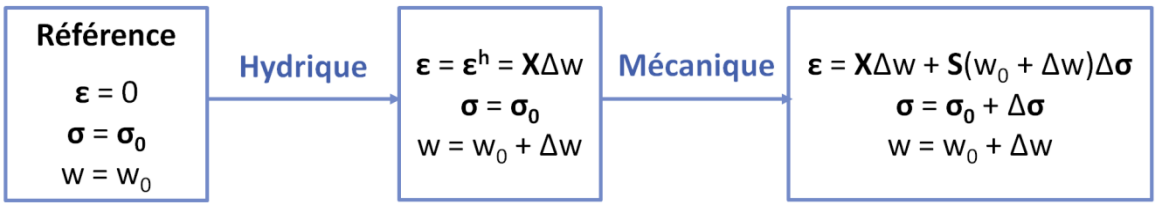


Figure 8.1 – Représentation schématique du couplage hygromécanique (d'après Co Dao).

Les déformations hydriques correspondent aux déformations du bois induites par une variation de teneur en eau Δw lorsqu'il n'est soumis à aucune autre contrainte (déformations libres). Le tenseur des déformations hydriques $\boldsymbol{\varepsilon}^{\mathbf{h}}$ s'exprime à partir des coefficients d'hygro-expansion X_R, X_T et X_L par :

$$\varepsilon^{h} = \begin{vmatrix} X_R \\ X_T \\ X_L \\ 0 \\ 0 \\ 0 \end{vmatrix} \Delta w \quad = \quad \mathbf{X}\,\Delta w \tag{8.2}$$

où Δw est la variation de teneur en eau entre les deux états d'équilibre hydrique considérés.

Par définition, le tenseur des contraintes hydriques associées $\boldsymbol{\sigma}^{\mathbf{h}}$ est relié aux déformations hydriques par le tenseur des modules d'élasticité du bois $\mathbf{C}$, sous l'hypothèse adoptée de comportement mécanique purement linéaire. Il s'agit de la contrainte qui apparaîtrait dans le bois du fait de son changement d'état hydrique si ses déformations étaient bloquées :

$$\boldsymbol{\sigma}^{\mathbf{h}} = -\,\mathbf{C} : \boldsymbol{\varepsilon}^{\mathbf{h}} = -\,\mathbf{C} : \mathbf{X}\Delta w \tag{8.3}$$

La variation de contraintes mécaniques $\Delta\boldsymbol{\sigma}^{\mathbf{m}}$ induites par les interactions mécaniques au sein du matériau est à l'origine des déformations mécaniques dont l'expression est :

$$\boldsymbol{\varepsilon}^{m} = \mathbf{S} : \Delta\boldsymbol{\sigma}^{m} = \mathbf{S} : (\boldsymbol{\sigma}^{m} - \boldsymbol{\sigma}_{0}^{m}) \quad (8.4)$$

où $\mathbf{S}$ est le tenseur des souplesses du bois et $\boldsymbol{\sigma}_0^m$ le champ de contrainte auto-équilibré dans l'état de référence sous charge nulle. Cette variation de contraintes mécaniques est liée à l'écart entre les déformations hygromécaniques et hydriques :

$$\Delta\boldsymbol{\sigma}^{m} = \boldsymbol{\sigma} - \boldsymbol{\sigma}^{h} = \mathbf{C} : (\boldsymbol{\varepsilon} - \boldsymbol{\varepsilon}^{h}) = \mathbf{C} : (\boldsymbol{\varepsilon} - \mathbf{X}\Delta w) \quad (8.5)$$

Dans cette description, le tenseur $\mathbf{C}$ est celui des modules du bois dans l'état hydrique final, comme le décrit très bien la Figure 8.1.

2.2. Procédure de modélisation

Le comportement hygromécanique du bois est modélisé par la méthode des éléments finis. Les gradients radiaux de propriétés hydriques et mécaniques du bois sont pris en compte en modélisant le bois comme étant un matériau composite stratifié 3D formé de n couches homogènes parallèles au plan TL et empilées dans la direction radiale R. Chaque couche i du matériau stratifié est homogène et se voit attribuer un tenseur des coefficients de gonflement anisotrope $\mathbf{X}_i$ et un tenseur de rigidité orthotrope $\mathbf{C}_i$ (Figure 8.2). Ses propriétés hydriques et mécaniques sont définies à partir de la densité $\boldsymbol{\rho}_i$ de la couche. Le chargement appliqué est une variation de teneur en eau globale et uniforme Δw, l'échantillon n'étant soumis à aucun effort externe.

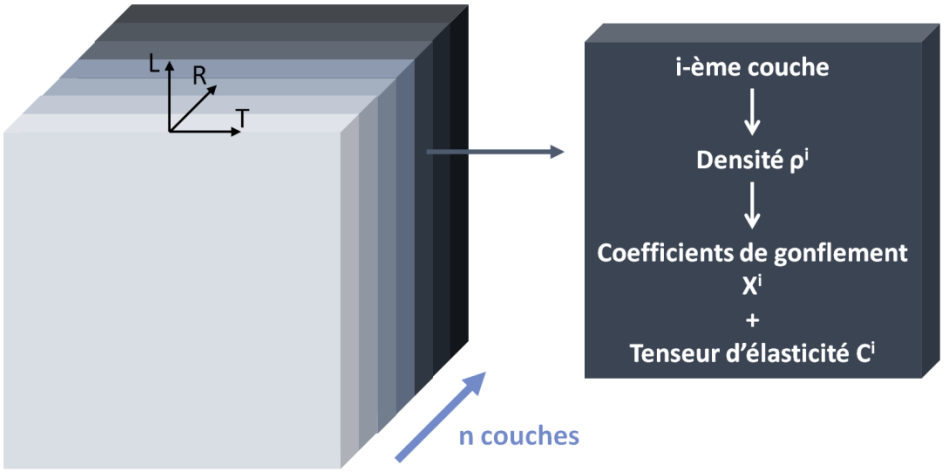


Figure 8.2 – Principe du modèle.

La modélisation est réalisée avec le logiciel de simulation numérique par éléments finis Cast3M (http://www-cast3m.cea.fr/). Afin de comprendre les observations expérimentales du Chapitre 7 sur le couplage, trois échantillons sont modélisés : le bois initial isolé, le bois final isolé et le cerne. Leurs dimensions coïncident avec celles des échantillons BI2, BF2 et C1 respectivement, analysés par DVC dans les Chapitres 6 et 7 (Tableau 8.1). Les volumes sont maillés avec des éléments cubiques à 8 nœuds (CUB8), à interpolation tri-linéaire, dont le nombre dans chaque direction est indiqué dans le Tableau 8.1.

Tableau 8.1 – Dimensions et nombre d'éléments des échantillons modèles.

		Bois initial	Bois final	Cerne
Dimensions [mm]	**R**	2,08	2,24	5,28
	T	9,44	9,60	5,60
	L	6,56	6,72	4,80
Nombre d'éléments [-]	**R**	14	15	34
	T	59	59	35
	L	41	43	30

Chaque couche du stratifié a pour normale la direction radiale et son épaisseur est la dimension radiale d'un élément (160 µm). Pour chaque couche, les 3 composantes diagonales du tenseur des coefficients de gonflement et 9 composantes du tenseur orthotrope des modules d'élasticité doivent être définies. Ces propriétés sont calculées à partir de la densité de chaque couche en utilisant les profils radiaux de densité obtenus dans le Chapitre 7 à partir des images de µTRX. Des relations entre les coefficients de gonflement et la densité, et entre les propriétés élastiques et la densité sont utilisées pour calculer les propriétés de chaque couche (relations décrites dans le paragraphe « Données d'entrée du modèle »).

Enfin, pour effectuer le calcul mécanique, six degrés de liberté sont bloqués pour empêcher la rotation et la translation de mouvement de solide rigide. Un point est bloqué pour empêcher la translation et deux points sont bloqués pour empêcher la translation.

Les champs de déplacement sont obtenus par la méthode des éléments finis, à partir desquels il est possible de calculer les champs de déformation par dérivation ainsi que les champs de contrainte mécanique par application de l'équation (8.5). De la même manière que pour l'analyse des données de DVC, des moyennes sur tout le volume de l'échantillon permettent de calculer les déformations et contraintes globales, et des moyennes par tranches TL permettent d'obtenir des profils radiaux des déformations et des contraintes (détails des calculs dans le Chapitre 5).

2.3. Données d'entrée du modèle

Les tenseurs des coefficients de gonflement et de rigidité affectés à chaque couche du matériau stratifié sont calculés en utilisant leurs relations avec la densité. Pour le cerne, la densité n'est pas connue aux extrémités (2 éléments de chaque côté) car des artefacts sont présents dans l'image de microtomographie (voir Chapitre 7). Il est proposé ici d'extrapoler les densités aux extrémités du cerne afin de se rapprocher au mieux de la géométrie de l'échantillon réel. Il est choisi de prendre les dernières densités connues de chaque côté du cerne comme valeur de densité pour ces couches extrêmes.

L'utilisation de la densité comme ingrédient de base du modèle semble très cohérente par rapport aux résultats du Chapitre 7 qui ont montré que les déformations hydriques (tout au moins les composantes radiales et tangentielles) sont étroitement liées à la densité. Quant aux propriétés élastiques, plusieurs travaux de la littérature ont mis en évidence leur dépendance à la densité, que ce soit à l'échelle macroscopique [37] ou à l'échelle des tissus [39] [40].

2.3.1. Tenseur des coefficients de gonflement

Des relations entre la densité et les coefficients de gonflement X_R, X_T et X_L doivent être établies pour attribuer à chaque couche du matériau stratifié ses propriétés hydriques.

Le Chapitre 7 a permis d'obtenir des relations entre les déformations hygromécaniques et la densité à plusieurs teneurs en eau. Afin de minimiser la prise en compte des déformations mécaniques, ces relations ont été obtenues à partir des échantillons de bois initial et de bois final isolés. On rappelle toutefois que, malgré ces précautions, les déformations hygromécaniques mesurées dans ces échantillons ne sont probablement pas affranchies des interactions mécaniques comme en atteste les profils très réguliers des déformations tangentielles mesurées.

Ces relations permettent alors de remonter à une relation entre la densité et les coefficients de gonflement en déterminant (i) l'évolution des déformations avec la teneur en eau pour différentes valeurs de densité et (ii) le coefficient de gonflement associé à chaque valeur de densité.

Dans un premier temps, l'évolution des déformations radiales et tangentielles avec la teneur en eau est tracée pour différentes valeurs de densité à 44% HR comprises entre 0,3 et 0,9 $g.cm^{-3}$ (Figure 8.3), en utilisant les courbes de tendance de la Figure 7.11 et en considérant que, à une humidité relative donnée, la teneur en eau locale est la même quelle que soit la densité du bois. Cette hypothèse est assez forte compte tenu de la présence de légères différences entre les isothermes de sorption globales du bois initial et du bois final qui a été observée expérimentalement (voir Chapitre 6, Figure 6.1).

Cette procédure est aussi effectuée pour les déformations volumiques. Pour les déformations longitudinales, il n'est pas possible d'obtenir de telles courbes car les relations entre les déformations hydriques et la densité n'ont pas une évolution régulière avec la teneur en eau. De plus, il est difficile d'ajuster une courbe de tendance à ces données, la densité ne semblant pas être un paramètre suffisant pour décrire le gonflement hydrique dans la direction longitudinale. Une alternative pour déterminer une relation entre les coefficients de gonflement longitudinaux et la densité sera donc proposée par la suite. Comme les isothermes de sorption expérimentales des échantillons de bois initial et de bois final isolés présentent une légère différence, il a été choisi d'utiliser la teneur en eau du bois final pour obtenir ces figures, car celui-ci gouverne la plupart de la relation entre la densité et les déformations hydriques.

Quelle que soit la densité, une évolution linéaire des déformations hydriques avec la teneur en eau peut être adoptée en première approche pour les trois composantes étudiées : radiales, tangentielles et volumiques. Ces courbes sont donc cohérentes avec les mesures expérimentales effectuées à l'échelle macroscopique dans les Chapitres 2 et 6. Cependant, dans le cas des déformations radiales et tangentielles, comme discuté dans le Chapitre 6, considérer que ces relations sont linéaires n'est pas tout à fait juste étant donné l'évolution du ratio T/R avec la teneur en eau observée dans le bois initial. Dans un premier temps, on ne prendra pas en compte l'évolution légèrement non linéaire du gonflement hydrique avec la teneur en eau pour le bois initial. Les coefficients de gonflement utilisés sont donc les pentes des régressions linéaires.

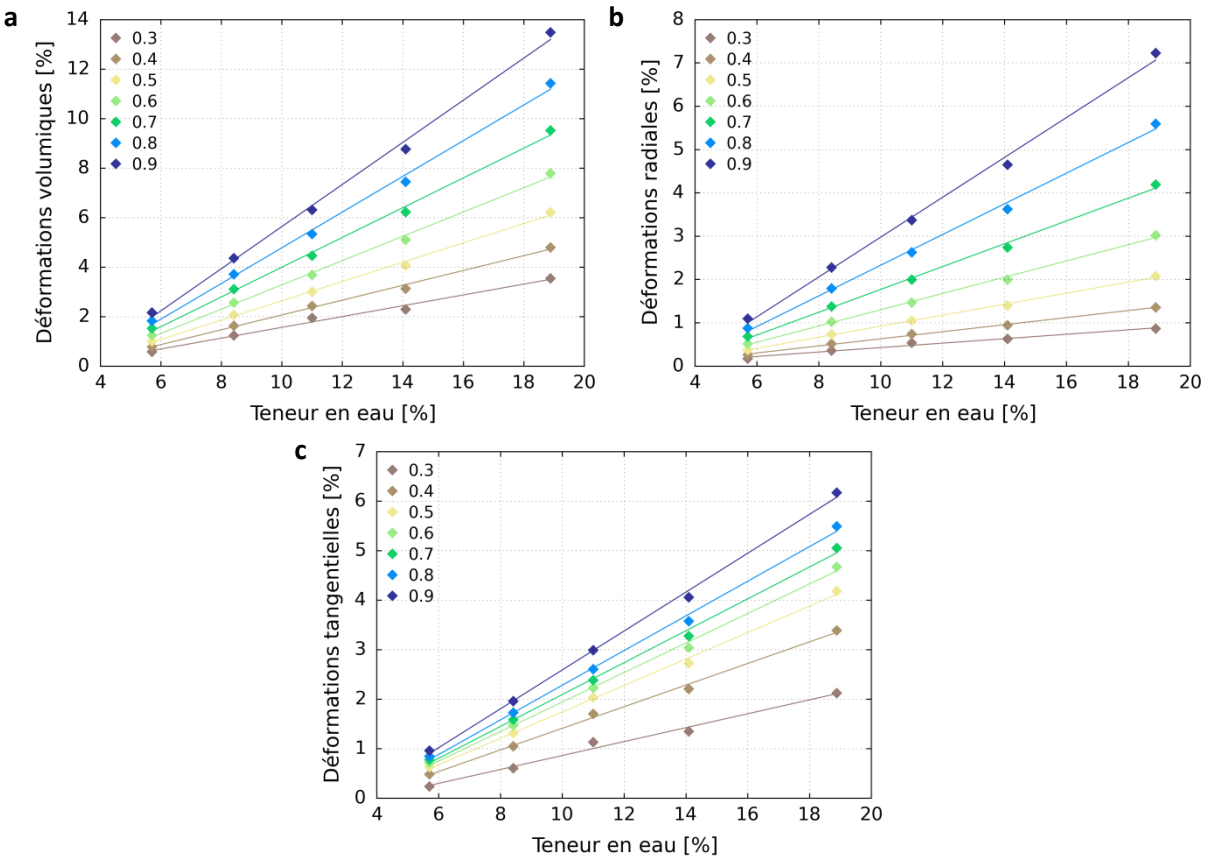


Figure 8.3 – Evolution des déformations (a) volumiques, (b) radiales et (c) tangentielles en fonction de la teneur en eau pour différentes densités à 44% HR du bois.

Dans un second temps, en utilisant la Figure 8.3, les relations entre la densité et les coefficients de gonflement transverses sont déterminées (Figure 8.4). Elles mettent en évidence l'augmentation des coefficients de gonflement radial et tangentiel avec la densité. Ces évolutions ne sont pas linéaires et n'ont pas la même allure pour les deux composantes transverses. Des courbes de tendance polynomiales sont ajustées à ces résultats, du second ordre pour la relation $X_R = f(\rho)$ et du troisième ordre pour la relation $X_T = f(\rho)$, afin d'obtenir des relations continues entre la densité et ces coefficients de gonflement. Enfin, la relation densité-coefficient de gonflement volumique est aussi tracée et comparée à la somme des relations interpolées $X_R = f(\rho)$ et $X_T = f(\rho)$. Ces deux courbes sont presque superposées, montrant ainsi la cohérence des deux méthodes. L'évolution du coefficient de gonflement volumique peut être reproduite avec une fonction polynomiale du second degré. Cependant, la non-linéarité de cette courbe est moins prononcée que celles des coefficients de gonflement transverses dont les évolutions avec la densité sont différentes et se compensent.

Les relations obtenues entre les coefficients de gonflement (en %/%) et la densité (en $g.cm^{-3}$) sont les suivantes :

$$X_R = 0{,}75\rho^2 - 0{,}22\rho + 0{,}05 \quad (8.6)$$

$$X_T = 1{,}82\rho^3 - 3{,}62\rho^2 + 2{,}64\rho - 0{,}38 \quad (8.7)$$

$$X_V = 0{,}49\rho^2 + 0{,}47\rho + 0{,}03 \quad (8.8)$$

$$X_R + X_T = 0{,}41\rho^2 + 0{,}58\rho - 0{,}01 \quad (8.9)$$

On peut remarquer que l'ordonnée à l'origine est très faible, excepté pour le coefficient de gonflement tangentiel où elle est un peu négative. Ainsi, lorsque la densité vaut zéro, si l'on accorde du crédit à cette extrapolation on retrouve un coefficient de gonflement quasiment nul.

De plus, cette relation entre le coefficient de gonflement volumique et la densité obtenue à l'échelle intra-cerne peut être comparée à celle obtenue dans le Chapitre 2 à partir de mesures effectuées avec des prélèvements dans différents accroissements annuels, qui prennent donc en compte la variabilité inter-cernes et reposent sur des moyennes de gonflement à l'échelle des tissus dans leur ensemble. L'étude intra-cerne effectuée avec des mesures locales permet donc d'obtenir une relation très peu dispersée entre le coefficient de gonflement et la densité du bois.

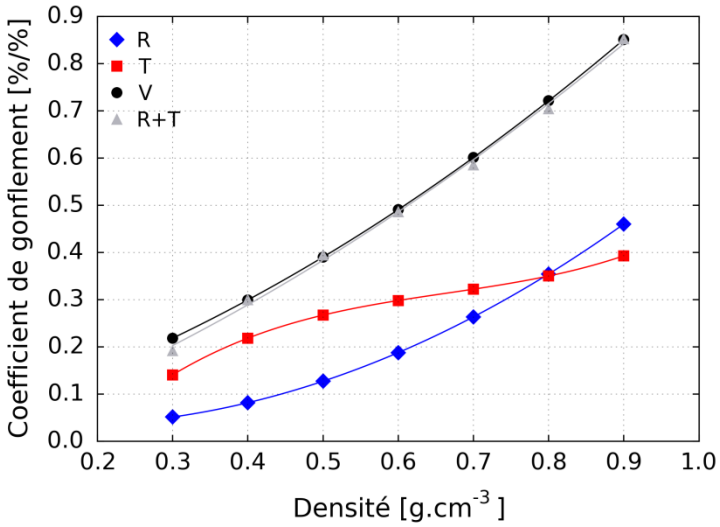


Figure 8.4 – Coefficients de gonflement en fonction de la densité à 44% HR du bois.

Une relation entre la densité et le coefficient de gonflement longitudinal est aussi nécessaire pour alimenter le modèle. La Figure 7.10 a mis en évidence une forte évolution des déformations longitudinales avec la densité dans le bois initial ($\rho < 0{,}35$ g.cm^{-3}) alors qu'aux densités supérieures, les déformations longitudinales n'évoluent plus avec la densité et sont très faibles.

Par conséquent, à partir de ces observations, il est proposé de définir une relation densité-coefficient de gonflement longitudinal pour $\rho < 0{,}35$ g.cm^{-3} et une autre pour $\rho \geq 0{,}35$ g.cm^{-3}. Pour les faibles densités, le coefficient de gonflement longitudinal est déterminé à partir des relations macroscopiques déformations longitudinales-teneur en eau obtenues par DVC dans le Chapitre 6. Au cours de l'adsorption, cette relation n'est pas linéaire alors qu'au cours de la désorption une évolution quasiment linéaire est observée. Pour simplifier, un coefficient de gonflement constant dans tout le domaine hygroscopique est considéré, et mesuré à partir de la courbe macroscopique de désorption dont le coefficient de gonflement X_L est 0,02 %/%. Par ailleurs, dans le bois final, les déformations longitudinales sont très faibles et leur évolution avec la teneur en eau est incertaine. Il est donc proposé de considérer un coefficient de gonflement nul pour les densités supérieures à 0,35 g.cm^{-3}.

Ainsi, la relation entre le coefficient de gonflement longitudinal et la densité utilisée dans le modèle est :

$$\begin{cases} \text{si } \rho < 0{,}35 \text{ g.cm}^{-3} : X_L(\rho) = 0{,}02 \text{ \%/\%} \\ \text{si } \rho \geq 0{,}35 \text{ g.cm}^{-3} : X_L(\rho) = 0 \text{ \%/\%} \end{cases} \quad (8.10)$$

2.3.2. Tenseur de rigidité

Données de la littérature

Les relations entre les propriétés mécaniques et la densité sont mises en place à partir de données de la littérature. Des relations entre ces deux paramètres ont été déterminées par des approches statistiques à l'échelle macroscopique [37]. Cependant, de telles relations prennent en compte la diversité des essences qui induit une dispersion importante des résultats et sont peut-être différentes des relations qui existent à l'échelle du cerne. Il est donc choisi d'utiliser les propriétés élastiques déterminées à l'échelle du cerne par Persson (2000) [39], présentées dans le Chapitre 1 (Tableau 1.5), obtenues par une modélisation multi-échelle à partir des propriétés mécaniques de la paroi cellulaire et de la structure aux différentes échelles. L'ensemble des composantes du tenseur des modules d'élasticité apparent du bois initial et du bois final, ainsi que d'une zone de transition, d'une essence de résineux (épicéa) à une teneur en eau de 12% est fourni, ainsi que les densités anhydres correspondantes.

Dans notre modèle, nous considérons une représentation multicouche du cerne avec une évolution continue des propriétés. Une interpolation des relations entre les propriétés mécaniques et la densité est donc nécessaire pour obtenir les propriétés mécaniques intermédiaires à celles du bois initial, du bois de transition et du bois final que considère Persson. De plus, dans cette thèse, la µTRX a permis de mesurer les densités locales à 44% HR. En toute rigueur, il faudrait donc convertir les densités anhydres de Persson en densités à 44% HR. Pour simplifier la procédure, on considèrera que la relation des propriétés mécaniques avec la densité à 44% HR est similaire à la relation avec la densité anhydre de Persson car ce sont les variations intra-cerne des propriétés mécaniques qui nous intéressent principalement. En revanche, l'évolution des propriétés mécaniques avec la teneur en eau sera prise en compte dans la perspective d'appliquer le modèle dans tout le domaine hygroscopique.

Dépendance des modules d'élasticité à la teneur en eau

Les propriétés élastiques du bois dépendent de sa teneur en eau comme montré dans le Chapitre 1. Des relations ont été établies dans la littérature pour décrire l'évolution de ces propriétés avec la teneur en eau [38] [37]. Les relations données par Guitard (1987) [37], fournies dans le Chapitre 1, sont utilisées dans cette étude pour passer des modules d'élasticité donnés par Persson, à une teneur en eau de 12%, aux modules d'élasticité à la teneur en eau de l'état final considéré (voir § 2.1.). Ces relations ne sont pas données pour les coefficients de Poisson dont on supposera donc qu'ils n'évoluent pas avec la teneur en eau.

Interpolation des relations propriétés mécaniques-densité

Les composantes de la matrice des raideurs sont utilisées en entrée du modèle. Après avoir calculé les modules de Young et les coefficients de Poisson à la teneur en eau de l'état final considéré selon les relations données par Guitard (1987) [37] et indiquées dans le Chapitre 1 (§ 3.2.2.), le passage à la matrice des raideurs est effectué.

Une interpolation des relations propriétés mécaniques-densité est ensuite effectuée pour évaluer les propriétés mécaniques du bois pour des densités intermédiaires. L'interpolation est proposée sous forme bilinéaire ou polynomiale d'ordre 2. Deux exemples d'interpolation sont illustrés dans la Figure 8.5.

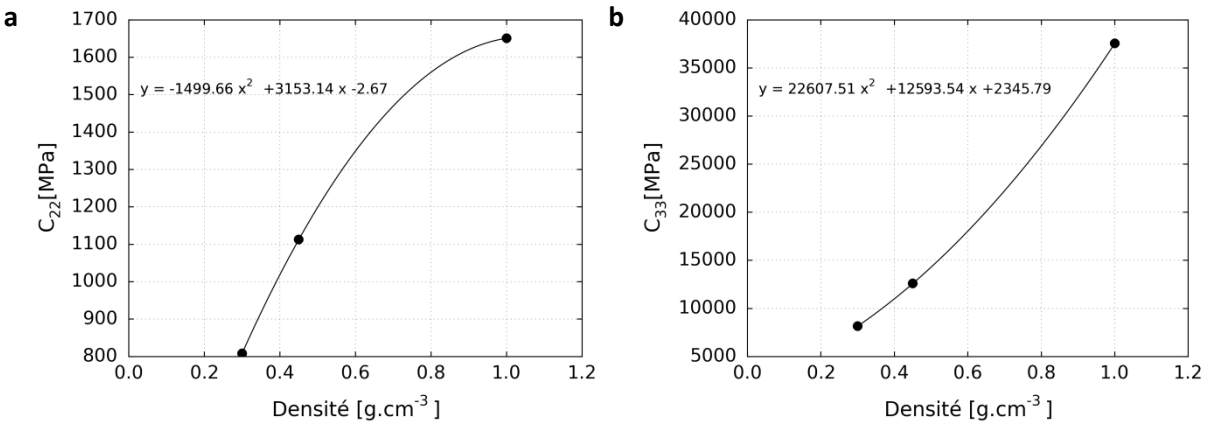


Figure 8.5 – Interpolation de la relation entre les composantes de la matrice des modules d'élasticité C_{22} (a) et C_{33} (b) et la densité pour une teneur en eau de 20,82%.

Dans ce chapitre, l'étude est menée uniquement entre 2 et 97% HR. Les propriétés élastiques sont donc calculées pour les teneurs en eau correspondant à 97% HR. Pour reproduire au mieux les conditions expérimentales, les teneurs en eau de chaque échantillon sont conservées, c'est-à-dire 16,26% pour le bois initial (BI2), 18,88% pour le bois final (BF2) et 20,82% pour le cerne (C1). A titre d'exemple, les relations entre les composantes du tenseur des raideurs et la densité pour une teneur en eau de 16,26% sont données dans le Tableau 8.2.

Tableau 8.2 – Relations entre les composantes du tenseur des raideurs [MPa] et la densité [g.cm^{-3}] pour une teneur en eau de 16,26%.

$C_{11} = -66\ \rho^2 + 2748\ \rho - 734$	
$C_{22} = -1297\ \rho^2 + 2733\ \rho - 4$	
$C_{33} = 20584\ \rho^2 + 12611\ \rho - 2034$	
$C_{44} = 1348\ \rho^2 - 400\ \rho + 588$	
$C_{55} = -1795\ \rho^2 + 4044\ \rho - 705$	
$C_{66} = 69\ \rho^2 - 47\ \rho + 16$	
$\rho < 0{,}45$ g.cm^{-3}	**$\rho \geq 0{,}45$ g.cm^{-3}**
$C_{12} = 1137\ \rho - 250$	$C_{12} = 148\ \rho + 195$
$C_{13} = 4337\ \rho - 1187$	$C_{13} = 971\ \rho + 327$
$C_{23} = -297\ \rho + 639$	$C_{23} = 646\ \rho + 214$

Pour conclure, un modèle de matériau composite stratifié a été construit en se basant sur les variations de densité locale dans le bois à l'échelle du cerne. Ce paramètre a été relié aux propriétés hydriques du bois à partir des mesures expérimentales, et aux propriétés mécaniques à partir de données de la littérature. Le comportement hygromécanique des trois types d'échantillon étudiés expérimentalement, bois initial, bois final et cerne, va ainsi pouvoir être modélisé pour mieux comprendre les mécanismes de déformations liés à l'hétérogénéité radiale du bois, et être confrontés aux résultats expérimentaux.

3. Analyse à l'échelle locale

Le modèle est appliqué pour une différence de teneur en eau correspondant à une variation d'humidité relative de 2 et 97% HR. La variation de teneur en eau Δw mesurée expérimentalement pour chaque type d'échantillon est utilisée afin de pouvoir comparer les résultats du modèle et des expériences, soit 13,96% pour le bois initial, 16,08% pour le bois final et 17,68% pour le cerne.

De la même manière que pour l'étude expérimentale, le comportement hygromécanique modélisé des échantillons de bois initial, bois final et cerne est tout d'abord étudié à l'échelle locale, en observant qualitativement la répartition spatiale des déformations hygromécaniques.

3.1. Champs de déformation hygromécanique

Les champs des déformations hygromécaniques radiales et tangentielles du bois initial, du bois final et du cerne sont présentés dans la Figure 8.6 et la Figure 8.7.

L'hétérogénéité de ces déformations est principalement observée dans la direction radiale. Les déformations radiales évoluent radialement de manière plus brutale et non monotone par rapport aux déformations tangentielles dont l'évolution est continue dans les trois échantillons. Cette différence de distribution spatiale s'apparente à celle obtenue expérimentalement. On peut donc s'attendre à avoir une évolution des déformations radiales qui suive la densité locale du bois, alors que l'évolution des déformations tangentielles serait beaucoup plus lisse afin de permettre une compatibilité des déformations tangentielles entre les différentes couches. Par ailleurs, une légère hétérogénéité des champs des déformations tangentielles selon la direction tangentielle est observée, qui n'est pas présente dans le cas des champs des déformations radiales. Une analyse plus quantitative sera proposée par la suite en calculant les profils radiaux de déformations.

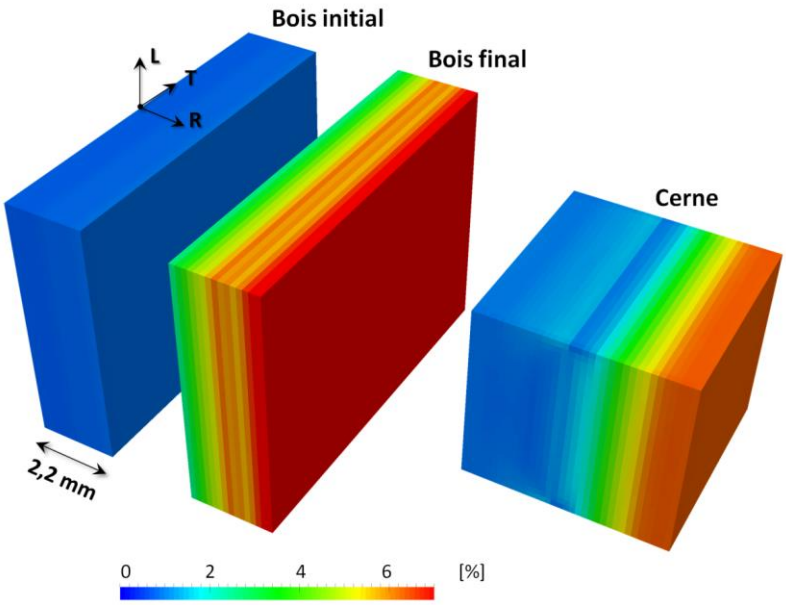


Figure 8.6 – Champs des déformations radiales entre 2 et 97% HR dans le bois initial, le bois final et le cerne.

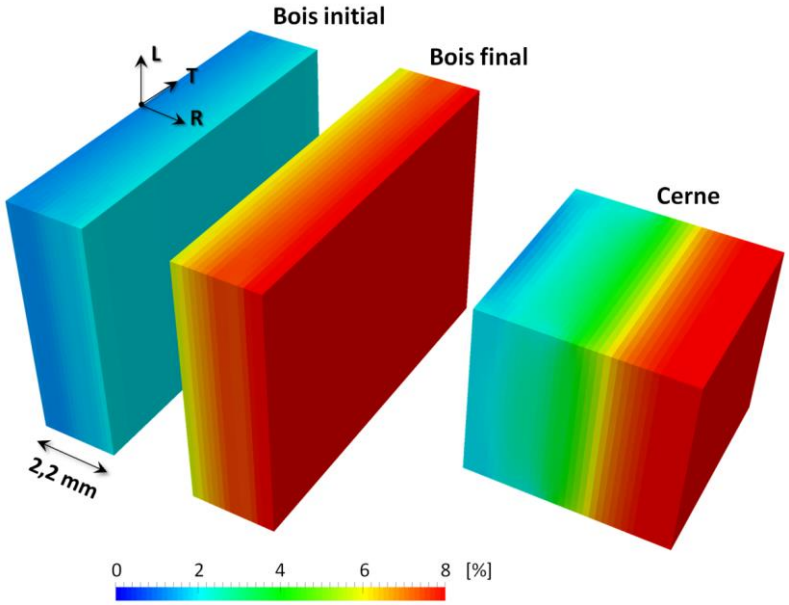


Figure 8.7 – Champs des déformations tangentielles entre 2 et 97% HR dans le bois initial, le bois final et le cerne.

3.2. Champs de contrainte mécanique

Les champs de contraintes mécaniques radiales et tangentielles sont donnés dans la Figure 8.8 et la Figure 8.9 afin de mettre en évidence les éventuelles interactions mécaniques au sein des échantillons. On rappelle ici que les contraintes calculées sont en fait des variations de contraintes par rapport à l'état de référence (2% HR), dans lequel des contraintes mécaniques résiduelles peuvent déjà être présentes.

La répartition spatiale des contraintes diffère de manière importante entre les trois types d'échantillon. Dans le bois initial, les champs de contraintes radiales et tangentielles sont beaucoup plus homogènes que ceux du bois final et du cerne, et les valeurs des contraintes sont très faibles, suggérant que peu d'interactions mécaniques se produisent. Dans le bois final, les contraintes mécaniques radiales locales sont quasiment nulles. Par contre, des contraintes tangentielles fluctuant d'environ -2 MPa à 2 MPa sont observées à cœur. L'évolution est irrégulière, mettant en évidence une alternance de zones en compression et en traction. Par ailleurs, une singularité du champ des contraintes radiales est observée à la surface du cerne au niveau de la discontinuité des déformations hydriques longitudinales. Cette singularité n'est pas présente au cœur de l'échantillon où une évolution continue des contraintes radiales est observée. Des contraintes tangentielles sont aussi observées dans le cerne mais semblent moint intenses que dans le bois final. La phase de bois initial est mise en traction (contraintes de l'ordre de 1 MPa) au niveau de la transition avec le bois final, qui est quant à lui mis en compression. Le bois initial, qui, lorsqu'il est isolé, se déforme moins que le bois final, serait ainsi forcé de se déformer plus en présence du bois final. La présence de contraintes négatives dans le bois final montre qu'il pourrait être gêné par le bois initial malgré sa raideur plus élevée. On peut noter aussi que la zone terminale du cerne est mise en traction au niveau des couches extrêmes dont la densité a été extrapolée.

Ainsi, le modèle permet de montrer que des contraintes tangentielles sont présentes dans le cerne, comme le suggérait l'expérience, mais qu'elles existent aussi au sein du bois final isolé. Ces résultats semblent donc confirmer que l'hétérogénéité radiale des propriétés hydriques et mécaniques entraine des interactions mécaniques dans la direction tangentielle.

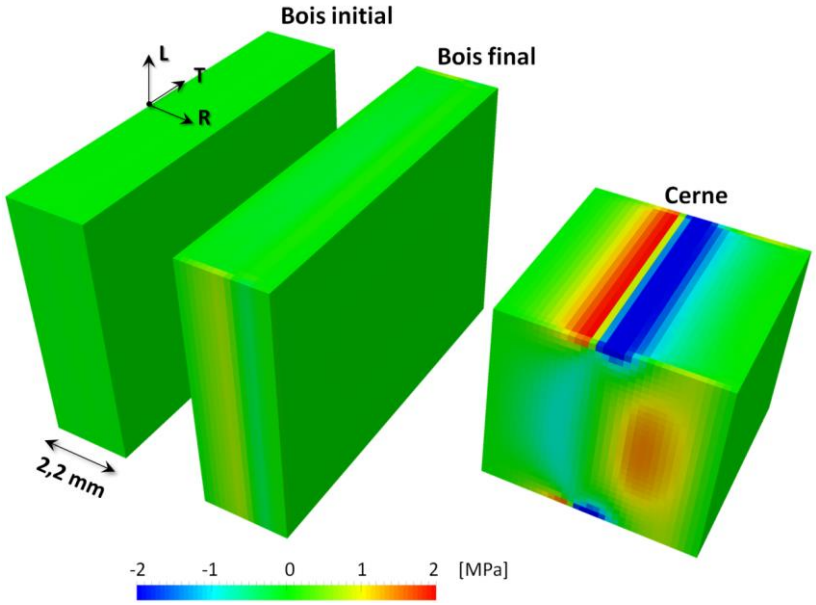


Figure 8.8 – Champs des contraintes radiales entre 2 et 97% HR dans le bois initial et le bois final isolés, et dans le cerne.

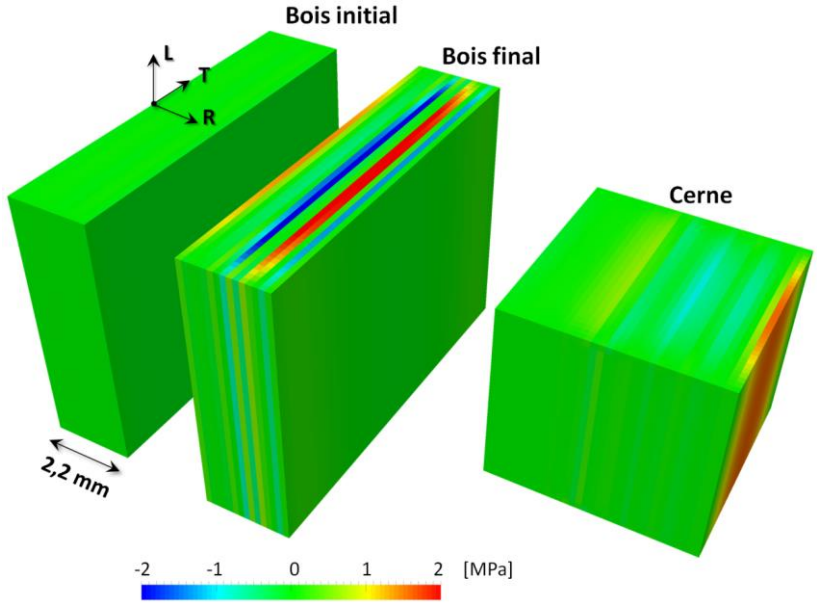


Figure 8.9 – Champs des contraintes tangentielles entre 2 et 97% HR dans le bois initial et le bois final isolés, et dans le cerne.

4. Interactions intra-cerne

Les cartes de déformation ont montré que les évolutions radiales des déformations radiales et tangentielles sont différentes, et que la prise en compte d'un gradient radial des propriétés induit des interactions mécaniques à cœur, principalement dans la direction tangentielle, confirmées par des contraintes mécaniques non nulles. Une contrainte σ_R est aussi induite mais principalement sous forme de singularité au niveau de la surface externe, de part et d'autre de l'interface entre les phases de bois initial et de bois final. Cette partie a donc pour objectif de quantifier et d'approfondir l'étude des interactions intra-cerne.

4.1. Comparaison des déformations hydriques et hygromécaniques

Les interactions mécaniques au sein des échantillons sont mises en évidence en comparant les profils de déformations hydriques (données d'entrée) et hygromécaniques (données de sortie). L'écart entre ces deux profils permet de révéler les phénomènes d'incompatibilité des déformations entre les couches adjacentes qui sont compensées par un champ de déformations élastique associé à une contrainte mécanique. La présentation sous forme de profils radiaux permet d'évaluer les variations spatiales de ces écarts dans les échantillons.

Tout d'abord, une forte corrélation entre les profils de déformations hydriques et hygromécaniques radiales est observée dans le bois initial, le bois final et le cerne (Figure 8.10). Ainsi, comme attendu d'après les observations expérimentales, ce résultat montre qu'il n'y a pas d'incompatibilité des déformations radiales entre les couches adjacentes qui sont alors libres de se déformer dans cette direction, montrant que l'utilisation de la mesure expérimentale des déformations radiales est pertinente pour évaluer les déformations radiales hydriques.

Des écarts beaucoup plus importants sont mesurés entre les déformations hydriques et hygromécaniques tangentielles et montrent ainsi la présence d'interactions mécaniques dans cette direction, confirmant ce qui avait été suspecté à partir des observations expérimentales. Comme observé expérimentalement, les profils radiaux des déformations hygromécaniques sont beaucoup plus lisses que ceux des déformations hydriques (Figure 8.11). Cette observation est aussi valable dans le bois initial malgré sa faible hétérogénéité radiale, montrant que même des faibles gradients locaux de propriétés peuvent induire une adaptation du champ des déformations tangentielles à la discontinuité des propriétés hydriques et mécaniques. Dans le cerne, les écarts sont plus importants dans la phase de bois initial que dans la phase de bois final où le profil des déformations hygromécaniques suit relativement bien celui des déformations hydriques. Des écarts sont néanmoins présents, marqués par l'échelle plus large des déformations observées. Dans la phase de bois initial, les déformations hygromécaniques sont inférieures puis supérieures aux déformations hydriques. On remarque finalement qu'une alternance d'écarts négatifs et positifs apparait dans les échantillons, révélant des régions en contraction (écarts négatifs) et d'autres en extension (écarts positifs).

Par ailleurs, les écarts entre les déformations hygromécaniques et les déformations hydriques sont plus élevés dans l'échantillon de bois final que dans l'échantillon de bois initial. L'hypothèse considérant les interactions mécaniques négligeables dans le bois initial, utilisée pour estimer les déformations hydriques, est donc justifiée. Par contre, dans le cas du bois final, les écarts plus élevés montrent que l'approximation des déformations mesurées expérimentalement pour estimer les déformations hydriques est relativement forte, entrainant une mauvaise estimation des déformations hydriques à cause de la présence d'interactions mécaniques. L'analyse et la quantification des contraintes permettront par la suite une analyse plus approfondie de cette observation.

Enfin, une analyse similaire est proposée pour les déformations longitudinales, bien que le modèle, dans cette direction, s'éloigne de la réalité car l'évolution des dilatations longitudinales avec la densité est représentée de manière très approximative. Dans le bois initial et le bois final isolé, malgré un coefficient de gonflement longitudinal constant, des écarts entre les profils de déformations hydriques et hygromécaniques longitudinales apparaissent (Figure 8.12), révélant des effets de couplage entre les différentes directions principales, similaires à des effets de Poisson. Les mécanismes de déformation dans les directions transverses ont donc un impact sur le comportement dans la direction longitudinale. Dans le cerne, la transition brutale de la phase de bois initial vers la phase de bois final imposée par la définition du coefficient de gonflement est adoucie pour permettre la continuité des

déplacements longitudinaux à l'interface des deux couches. Il est par ailleurs intéressant de voir que cette transition brutale a aussi un impact sur les régions plus éloignées de l'échantillon où des écarts entre les déformations hydriques et hygromécaniques sont mis en évidence.

Ainsi, la comparaison entre les profils de déformations hydriques et hygromécaniques suggèrent la présence d'interactions mécaniques dans les directions tangentielles et longitudinales, normales à la direction d'empilement du stratifié, et où des problèmes de compatibilité de déformation existent. Il est proposé par la suite de confimer la présence de telles interactions et de les quantifier en calculant les profils radiaux des contraintes mécaniques.

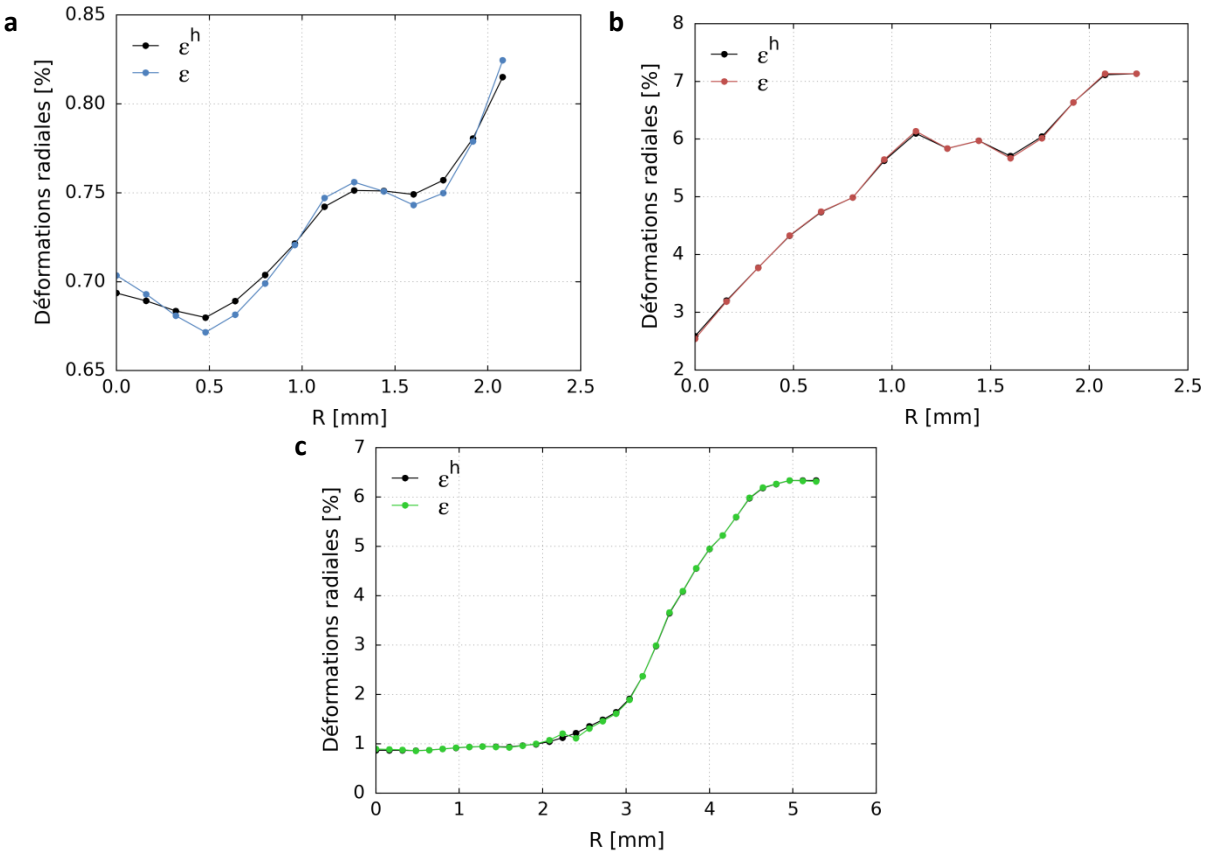


Figure 8.10 – Profils radiaux des déformations radiales hydriques (entrée) et hygromécaniques (sortie). (a) Bois initial. (b) Bois final. (c) Cerne.

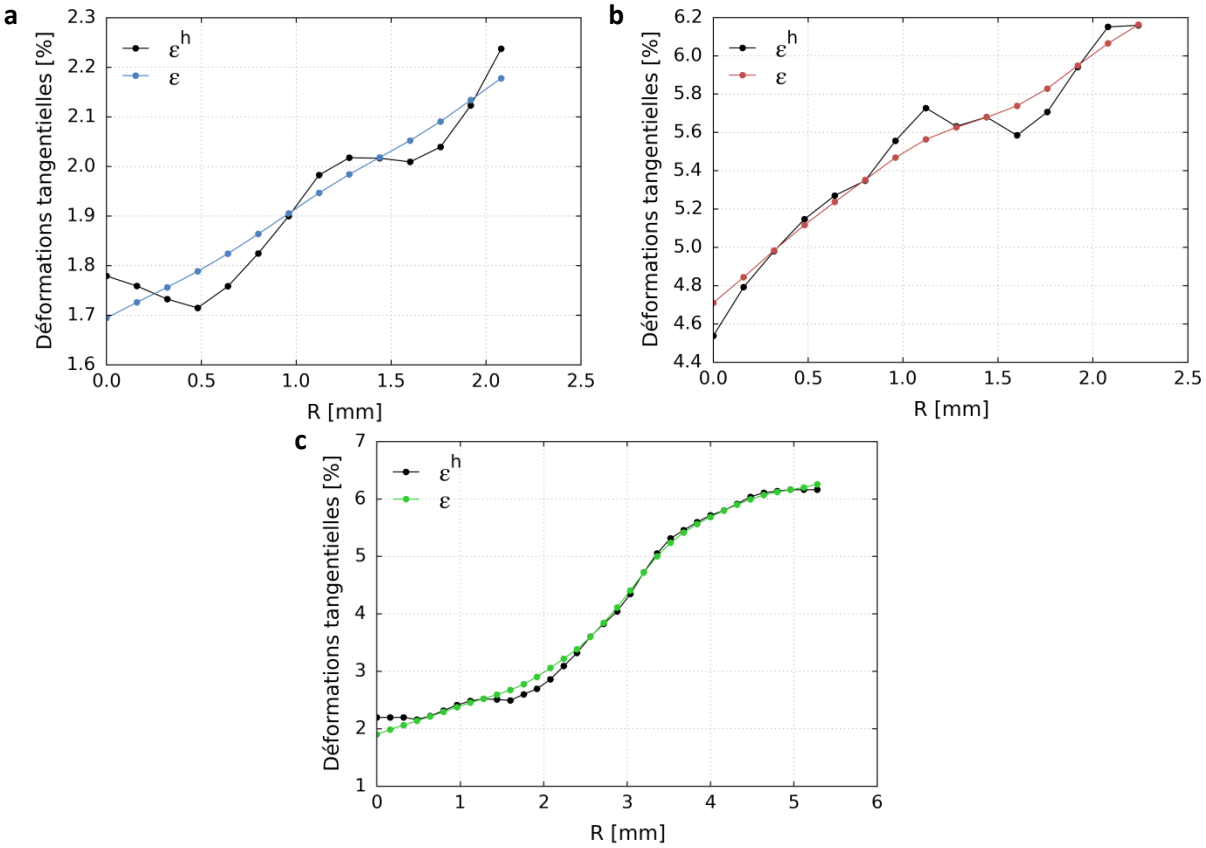


Figure 8.11 – Profils radiaux des déformations tangentielles hydriques (entrée) et hygromécaniques (sortie). (a) Bois initial. (b) Bois final. (c) Cerne.

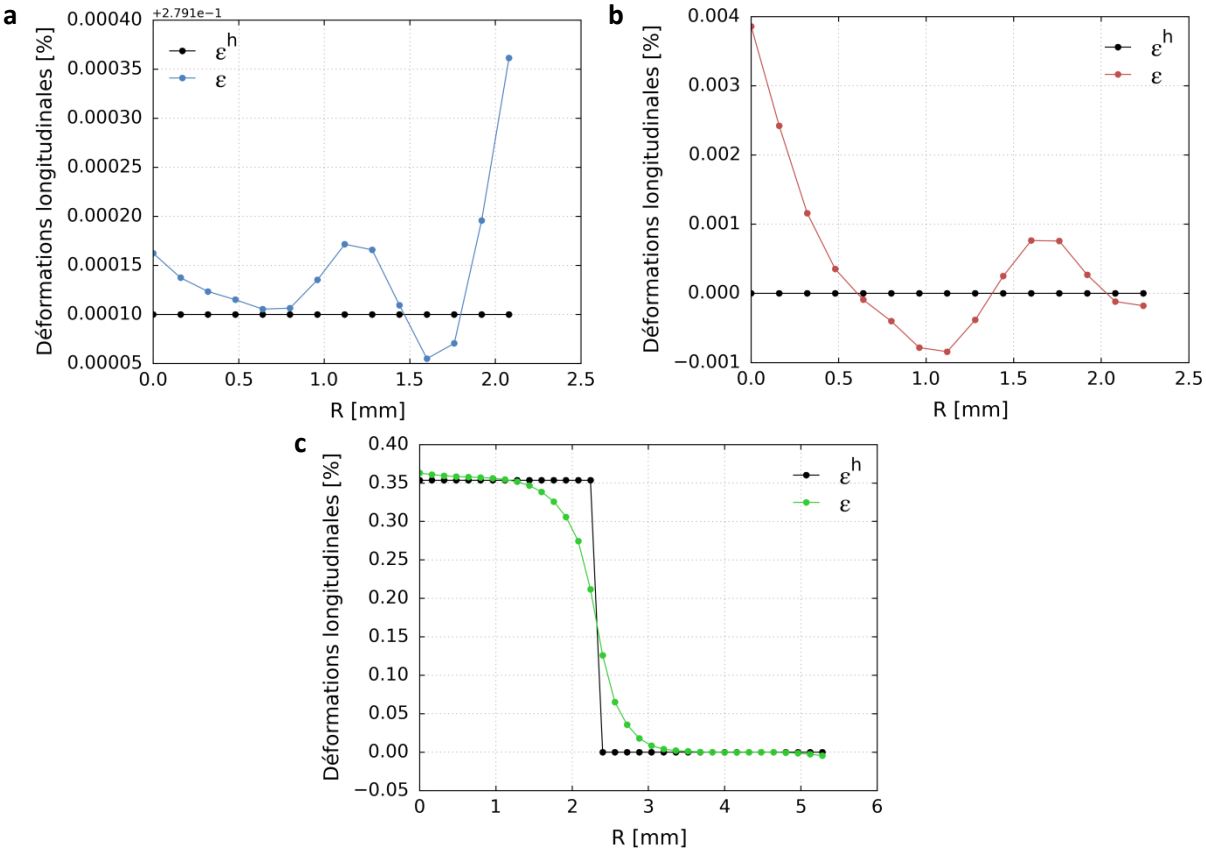


Figure 8.12 – Profils radiaux des déformations longitudinales hydriques (entrée) et hygromécaniques (sortie). (a) Bois initial. (b) Bois final. (c) Cerne.

4.2. Quantification des interactions

Les interactions sont maintenant quantifiées en déterminant les profils radiaux des contraintes mécaniques dans les échantillons modèles, présentées dans la Figure 8.13. On note que la moyenne des contraintes au sein des échantillons est bien nulle.

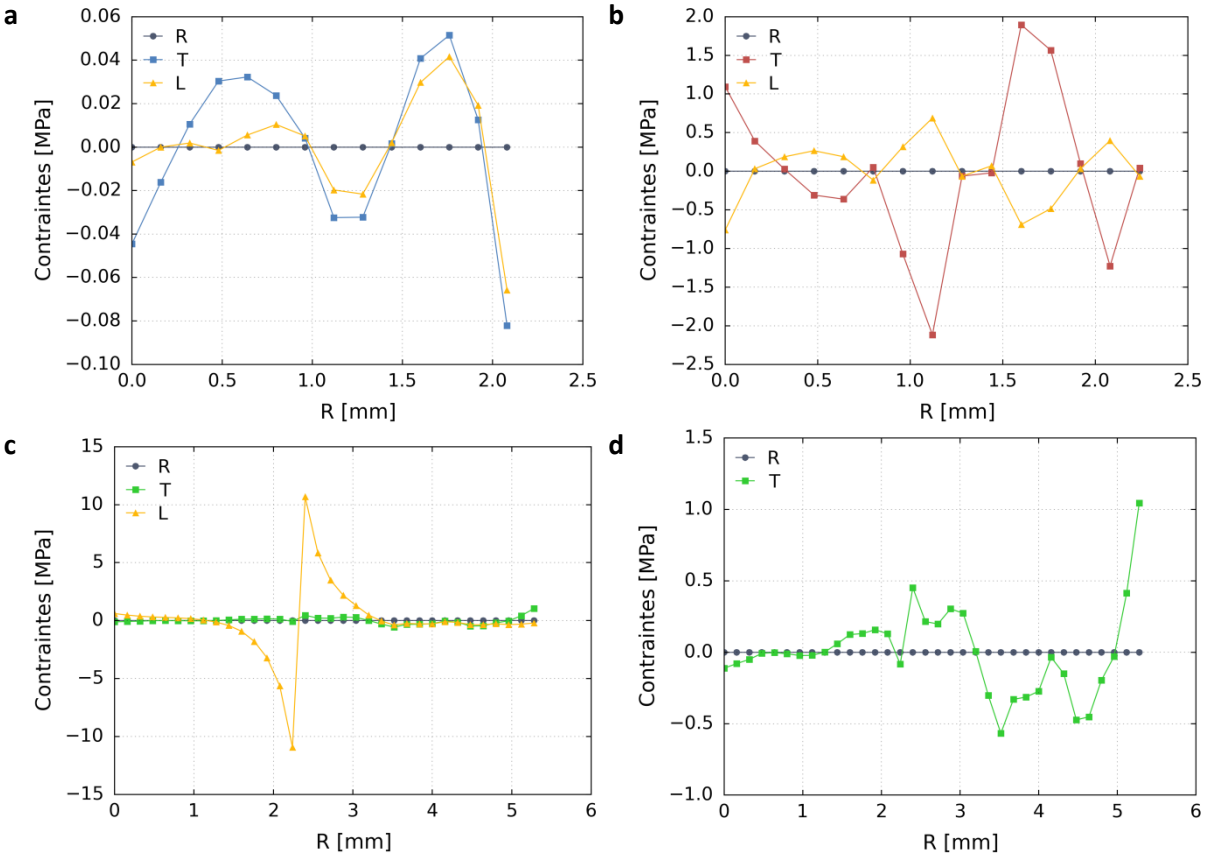


Figure 8.13 – Profils radiaux des contraintes mécaniques moyennées dans le plan TL. Composantes radiales, tangentielles et longitudinales induites par des variations hydriques entre 2 et 97% HR. (a) Bois initial. (b) Bois final. (c) et (d) Cerne présenté avec deux échelles différentes.

Tout d'abord, dans les trois types d'échantillon, les contraintes radiales sont bien nulles, confirmant que les différentes couches du stratifié sont libres de se déformer dans la direction radiale malgré leur propriétés hydriques et mécaniques différentes.

Par ailleurs, les contraintes mécaniques tangentielles et longitudinales dans le bois initial sont très faibles par rapport à celles du bois final et du cerne. Elles ne sont toutefois pas négligeables, avec des contraintes tangentielles et longitudinales qui atteignent respectivement environ 0,05 MPa et 0,04 MPa en traction et -0,08 MPa et -0,07 MPa en compression. Dans le bois final, les contraintes tangentielles varient entre -2,2 et 2,0 MPa environ, alors que les contraintes longitudinales sont plus faibles, comprises entre -0,8 et 0,7 MPa. Dans le cerne, deux échelles différentes sont présentées car les contraintes longitudinales sont très élevées par rapport aux autres, allant jusqu'à plus de 10 MPa. Ceci s'explique certainement par la relation très simplifiée entre le coefficient de gonflement longitudinal et la densité qui induit une transition très brutale dans le cerne, comme montré dans le paragraphe précédent. Néanmoins, on s'attendrait quand même à avoir des contraintes assez fortes car la relation densité-déformations longitudinales présentée dans le Chapitre 7 a une évolution tout de même très intense. Les contraintes tangentielles varient principalement entre -0,5 MPa et 0,5 MPa, valeurs plus faibles que dans le bois final. Cependant, une augmentation très forte des contraintes

tangentielles, qui atteignent environ 1 MPa, est observée dans la zone terminale du cerne, correspondant à la zone où la densité est extrapolée.

On peut également noter une alternance de régions en traction et en compression dans les trois échantillons, qui reflètent les adaptations des déformations entre les différentes couches pour assurer la compatibilité des déformations aux interfaces.

Enfin, l'allure similaire ou opposée des profils de contraintes longitudinales à ceux des contraintes tangentielles dans le bois initial et le bois final isolés suggère que des effets de couplage sont présents entre ces deux directions, mais présentant des signes opposés du fait des propriétés élastiques différentes dans les deux tissus.

4.3. Confrontation avec l'expérience

Le modèle a permis de montrer que l'hétérogénéité radiale était bien à l'origine d'interactions mécaniques au sein des échantillons, et confirme la nécessité de la prendre en compte prévoir le comportement à l'échelle macroscopique.

Les résultats de la modélisation sont maintenant confrontés aux résultats expérimentaux pour analyser si les phénomènes d'interactions sont similaires, évaluer la qualité de la prévision et essayer de mieux comprendre les observations expérimentales complexes.

4.3.1. Allures des profils radiaux

Les allures des profils radiaux des déformations mesurées et modélisées sont tout d'abord comparées dans la Figure 8.14. Dans les trois types d'échantillon, les résultats de la modélisation permettent une très bonne reproduction qualitative de l'évolution radiale des déformations radiales et tangentielles. En effet, l'évolution irrégulière des déformations radiales est retrouvée, car, comme démontré dans le paragraphe précédent, les interactions dans cette direction sont très faibles. L'évolution quasiment linéaire des déformations tangentielles dans le bois initial et dans le bois final est aussi retrouvée. Dans le cerne, les profils radiaux des déformations tangentielles présentent une allure très semblable. Il est par contre plus difficile de discuter des déformations longitudinales du fait de la description trop simpliste de l'évolution des déformations hydriques longitudinales dans la direction radiale.

Par ailleurs, les niveaux de déformation sont très bien reproduits dans le modèle du bois final où les résultats modélisés et mesurés sont vraiment très proches. En revanche, sur un plan plus qualitatif, des amplitudes différentes entre les mesures et la prévision sont observées pour le bois initial et pour le cerne. Cependant, les déformations hydriques qui sont mises en entrée du modèle sont déjà différentes de ce que l'on attendrait, en particulier pour les déformations radiales. Cela montre donc que les relations polynomiales globales adaptées entre le coefficient de gonflement et la densité ne sont pas suffisamment précises pour obtenir une très bonne reproduction quantitative du comportement.

Trois facteurs pourraient participer à la perte de précision de cette relation. Tout d'abord, pour mettre en place les relations expérimentales entre la densité et les déformations hydriques, il a été supposé que les interactions étaient quasiment nulles dans les échantillons de bois initial et de bois final. Or, il a été montré que des interactions non négligeables existaient dans le bois final, qui sont donc prises en compte dans la relation entre les déformations hydriques et la densité. De plus, l'interpolation de cette relation peut être remise en question car il n'y a pas d'informations dans la

zone de transition entre les échantillons de bois initial et le bois final. Par ailleurs, la succession de mise en place de courbes de tendance pourrait induire une accumulation d'erreurs pour passer de la relation déformations hydriques-densité à la relation coefficient de gonflement-densité. En particulier, d'après les résultats sur l'évolution du ratio d'anisotropie T/R avec la teneur en eau, considérer un coefficient de gonflement constant dans tout le domaine hygroscopique est certainement une hypothèse trop forte. Enfin, les relations entre les propriétés élastiques et la densité sont décrites de manière trop empirique. Une caractérisation expérimentale des propriétés élastiques du matériau d'étude permettrait d'améliorer l'aspect quantitatif du modèle.

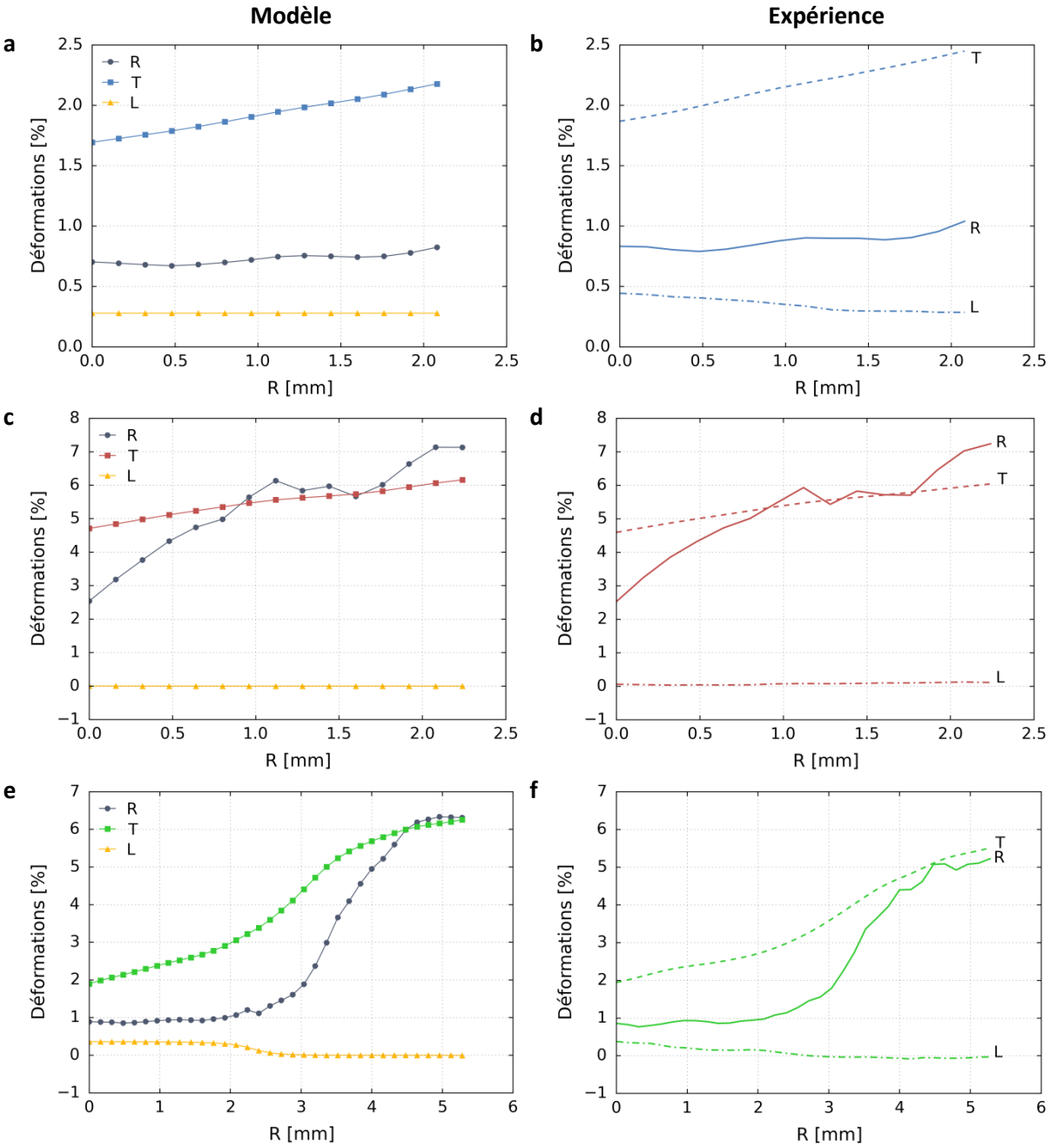


Figure 8.14 – Comparaison des allures des profils radiaux des déformations hygromécaniques radiales, tangentielles, longitudinales obtenues par modélisation (colonne de gauche) et par expérience (colonne de droite). (a) et (b) Bois initial. (c) et (d) Bois final. (e) et (f) Cerne.

Ainsi, bien que les allures des profils de déformations soient très bien reproduites par le modèle, des différences entre le modèle et l'expérience existent en termes d'amplitude. La mise en place de relations encore plus précises entre les propriétés hydriques et la densité semble donc nécessaire, relation tenant notamment compte de non-linéarités. La comparaison des déformations hygromécaniques modélisées des tissus isolés et du cerne, comme réalisé avec les résultats expérimentaux dans le Chapitre 7, n'est donc pas proposée dans ce travail du fait de l'aspect quantitatif encore trop limité du modèle.

4.3.2. Influence des propriétés élastiques

Qualitativement, le modèle a montré une bonne capacité à modéliser les mécanismes d'interactions qui ont lieu à l'échelle du cerne. Il peut donc être utilisé comme un outil pour étudier l'influence de paramètres tels que les propriétés hydriques et élastiques, la texture du cerne (proportion de phases de bois initial et de bois final), l'ajout d'une couche très dense à la fin du cerne ou encore l'effet de la teneur en eau.

Les propriétés élastiques ont été obtenues par interpolation de données issues de la littérature et pourraient être différentes dans le matériau utilisé dans cette étude. De plus, ces modules proposés dans la littérature résultent de modélisation dont les hypothèses pourraient être inadaptées. Il est donc proposé ici d'étudier l'influence de l'intensité du gradient local des propriétés élastiques sur le comportement hygromécanique, en modifiant la relation entre les propriétés élastiques et la densité. On s'intéresse plus particulièrement aux effets du module d'élasticité tangentiel qui intervient dans l'expression des déformations hygromécaniques tangentielles pour lesquelles des phénomènes d'incompatibilité des déformations existent.

Le module tangentiel E_T correspondant à la densité 0,30 $g.cm^{-3}$ (bois initial défini par Persson (2000)), est multiplié par un facteur 2 et 10. Le module d'élasticité tangentiel du bois de transition est fixé de sorte que la relation $E_T = f(\rho)$ soit linéaire.

Les profils radiaux des déformations tangentielles dans le cerne obtenus avec les différents modules E_T dans le bois initial sont présentés dans la Figure 8.15. On remarque que plus on augmente le module E_T du bois initial, plus le profil a une allure qui se rapproche de celle du profil des déformations hydriques. Ainsi, lorsque le module E_T du bois initial se rapproche de celui du bois final, la phase de bois initial arrive à se déformer comme elle le souhaite.

Cette sensibilité aux propriétés élastique laisse croire que la détermination expérimentale des modules d'élasticité du matériau étudié pourrait permettre d'améliorer la prévision du comportement hygromécanique par rapport aux résultats obtenus avec des données de la littérature.

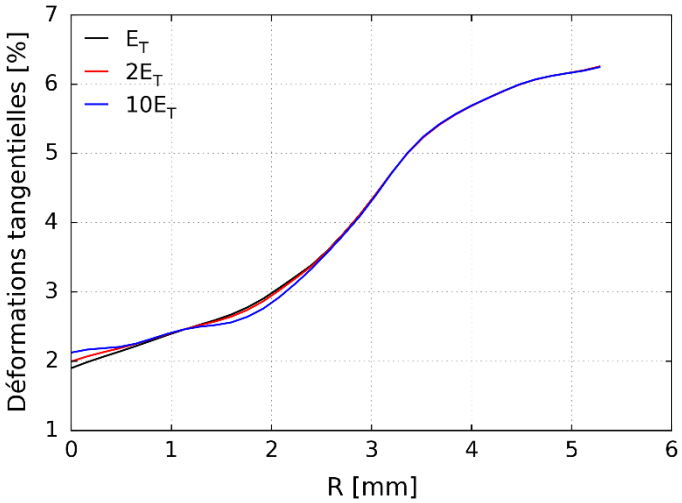


Figure 8.15 – Influence du module d'élasticité tangentiel du bois initial (multiplié par 1, 2 et 10) sur le profil des déformations tangentielles.

5. Conclusion

Un modèle numérique a été développé dans le but de mieux comprendre et de quantifier, notamment en termes de contraintes résiduelles induites, les phénomènes d'interactions au sein du cerne liées à son hétérogénéité radiale. Le principe a été de modéliser les tissus isolés et le cerne par des matériaux composites stratifiés. Le paramètre densité a été utilisé pour décrire les évolutions radiales des propriétés hydriques et mécaniques dans le cerne et les profils réels de densité locale ont été pris en compte. L'identification des propriétés hydriques a notamment été effectuée à partir des mesures expérimentales effectuées à l'échelle locale grâce aux techniques de microtomographie aux rayons X et de corrélation d'images volumiques.

Bien que ce modèle ne soit pas encore assez complet pour assurer une prévision quantitative, il a toutefois permis d'obtenir une bonne reproduction des profils radiaux des déformations hygromécaniques dans le bois initial, le bois final et le cerne. Des contraintes mécaniques tangentielles et longitudinales associées aux effets de structure lorsque le bois est soumis à des sollicitations hydriques ont été montrées dans les trois types d'échantillon, avec des amplitudes plus faibles dans le bois initial qui présente une hétérogénéité radiale beaucoup moins marquée. Des ordres de grandeur de ces contraintes mécaniques ont pu être déterminés, allant jusqu'à quelques MPa pour les contraintes tangentielles dans le bois final. Par ailleurs, il a été montré que le module d'élasticité tangentiel a une influence non négligeable sur le comportement hygromécanique.

Les limites du modèle se trouvent principalement au niveau de l'identification de ses paramètres d'entrée. Bien que les relations entre les déformations et la teneur en eau obtenues expérimentalement soient très peu dispersées car une grande part de la variabilité du bois a été éliminée, contrairement à leurs homologues obtenus avec des quantités purement macroscopiques très sensibles à la variabilité naturelle du bois, leur précision pourrait encore être améliorée. En effet, les résultats du modèle montrent que des interactions mécaniques devraient déjà être présentes dans le bois initial, et surtout dans le bois final. Les déformations mesurées sur les tissus isolés comprennent donc déjà une composante mécanique qui devrait être corrigée dans la construction de la relation

entre les coefficients de gonflement et la densité. De plus, une zone de densité intermédiaire entre les échantillons de bois initial et de bois final n'est pas prise en compte lorsque les études sont réalisées sur les tissus isolés. Enfin, le passage de la relation déformations-densité à la relation coefficient de gonflement-densité entraine une accumulation d'incertitudes et une perte de précision de cette dernière relation. En particulier les non-linéarités des propriétés de gonflement, mises en évidence dans le Chapitre 6, n'ont pas été prises en compte. Par ailleurs, les propriétés élastiques du modèle sont obtenues avec des données de la littérature. Il serait préférable que des mesures expérimentales soient effectuées sur le matériau d'étude, compte tenu de l'influence de ces propriétés sur le comportement.

L'identification améliorée de ces paramètres d'entrée pourrait être effectuée par deux méthodes. Une première consisterait à faire un ensemble d'essais de gonflement sur des micro-éprouvettes prélevées en toute position radiale d'un cerne et de réutiliser la même démarche que celle proposée dans le Chapitre 7 pour obtenir des relations encore plus précises entre les déformations hygromécaniques et la densité. On pourrait utiliser cette même démarche, mais avec la réalisation d'essais mécaniques, pour obtenir une relation entre les modules d'élasticité et la densité. Cependant, ce panel d'expériences serait extrêmement lourd à réaliser. Une autre méthode pourrait être d'utiliser les relations actuelles, et de faire ensuite une identification inverse des propriétés, en cherchant à minimiser les écarts entre les champs de déformation mesurés et calculés.

Ce modèle simple peut être vu, en l'état actuel, comme un outil permettant de mieux comprendre les mécanismes de déformation intra-cerne et d'étudier l'influence de divers paramètres, qui vont aussi bien des propriétés hydriques et modules élastiques, que des allures des profils de densité. On pourrait aussi regarder l'évolution avec la teneur en eau du comportement. Une perspective très intéressante serait finalement d'utiliser ce même modèle pour prévoir et étudier le comportement hygromécanique à l'échelle macroscopique, ou autrement dit, d'échantillons constitués de plusieurs cernes et quantifier en particulier les champs d'auto-contrainte induite dans des structures de bois par des variations hygrométriques. Un des émergements majeurs de cette étude est relatif à l'existence et la nécessaire prise en compte des gradients locaux de propriétés pour évaluer de manière pertinente les interactions locales dans un échantillon de bois à l'échelle des cernes. Une description classique considérant le bois initial et surtout le bois final comme des matériaux homogènes est trop simpliste.

Conclusion et perspectives

La réponse du bois à des sollicitations hydriques est difficile à prévoir, et il est essentiel de comprendre les mécanismes qui la régissent pour améliorer sa prévision. Dans ce contexte, l'objectif de ce travail était d'établir des relations entre la structure, les propriétés de sorption et le comportement hygromécanique du bois. Ce travail s'est concentré sur l'influence de l'hétérogénéité au sein du cerne, constitué de bois initial et de bois final, car elle semble jouer un rôle important sur le comportement à l'échelle macroscopique, et que de nombreuses questions restent encore ouvertes sur ce sujet. Pour mener une telle étude, une approche déterministe et multi-échelle a été choisie, en utilisant à la fois une méthode de prélèvement limitant la variabilité des propriétés du bois, et des techniques de caractérisation avancées qui ont permis d'étudier des mécanismes depuis l'échelle de l'ultrastructure du bois jusqu'à l'échelle du cerne.

Synthèse

Une revue bibliographique détaillée a été fournie afin de montrer les enjeux de ce sujet dans le contexte actuel, ainsi que les incompréhensions qui demeurent en termes d'explication du comportement hygromécanique du bois. Cette synthèse a montré que l'origine des différences de comportement entre le bois initial et le bois final restait encore peu comprise et qu'une approche multi-échelle du problème semblait nécessaire car des effets de structure ont été reportés à toutes les échelles du matériau bois. De plus, il a été montré que les interactions entre ces deux tissus devaient être un facteur d'influence important sur le comportement à l'échelle macroscopique, et qu'une compréhension plus approfondie de ces interactions semblait essentielle. Enfin, des mécanismes de déformation complexes dans la direction longitudinale ont été reportés mais sont actuellement très peu étudiés du fait de la faible amplitude de ces déformations, alors que leur prise en compte est nécessaire pour certaines applications.

Les différences entre le bois initial et le bois final ont été mises en évidence en menant une caractérisation expérimentale à la fois de leur structure et de leur comportement hygromécanique moyen. Ces résultats ont permis de confirmer que le bois initial a un comportement très anisotrope alors que le bois final a un comportement isotrope transverse. Ils ont aussi montré que les déformations longitudinales ne peuvent pas être négligées, en particulier dans le bois initial, et ont permis de se repositionner face à une littérature ancienne qui évoquait l'importance de ce sujet. De plus, alors qu'une évolution linéaire des déformations avec la teneur en eau est souvent considérée, ce travail a montré que, d'une part, une forte non-linéarité est présente dans le cas des déformations longitudinales et que, d'autre part, les déformations transverses présentent aussi une légère non-linéarité aux humidités relatives extrêmes. Enfin, des relations entre le comportement hygromécanique et la densité ont pu être établies en ne prenant pas en compte la variabilité intra-essences et inter-arbres. Une dispersion reste toutefois notable du fait de la variabilité inter-cernes et justifie la nécessité d'une analyse intra-cerne.

Dans le but de relier les mécanismes de sorption au comportement hygromécanique du bois, et de comparer, en termes de propriétés de sorption, le bois initial et le bois final, une étude de relaxométrie RMN du proton en 2D (spectres de corrélation T_1-T_2) a été réalisée dans tout le domaine hygroscopique.

Deux composantes d'eau liée qui ne se trouvent pas dans le même environnement ont été détectées. Ce travail a permis de déterminer les isothermes de sorption de ces deux composantes d'eau et ainsi de quantifier leurs énergies de sorption. Alors que les isothermes globales ne permettent pas de différencier clairement le bois initial et le bois final, cette étude a permis de montrer que les isothermes des deux composantes d'eau liée ne sont pas les mêmes dans les deux tissus. De plus, les relations entre les temps de relaxation T_1 et T_2 et la teneur en eau ont montré que les deux composantes d'eau liée sont susceptibles de participer aux déformations hygromécaniques du bois.

En utilisant les propriétés de sorption des deux composantes d'eau liée déterminées par relaxométrie du proton, une hypothèse sur leur localisation dans la paroi cellulaire du bois a été proposée, construite en se basant sur la connaissance actuelle de l'ultrastructure du bois ainsi que sur les précédentes hypothèses proposées dans la littérature. Il a été supposé dans ce travail que la localisation des deux composantes d'eau liée se distingue à l'échelle de l'ultrastructure du bois. L'eau dont les interactions avec le bois sont les plus fortes serait située dans les régions lenticulaires constituées principalement de lignine et de xylane, tandis que la composante d'eau moins fortement liée serait localisée dans des régions lamellaires constituées de glucommannane, situées au sein d'agrégats de microfibrilles de cellulose.

Partant de cette hypothèse, un modèle original à l'échelle de l'ultrastructure a été proposé pour évaluer l'effet de la prise en compte de ces deux composantes d'eau liée et de la structure lenticulaire de la paroi S2 sur le comportement hygromécanique du bois à l'échelle des tissus. Bien que ce modèle ne prenne pas en compte l'ensemble des échelles de la structure du bois, il a permis de relier les mécanismes de sorption à la structure et au comportement hygromécanique. En effet, il a été montré que les effets de structure ainsi que les propriétés de sorption des deux composantes d'eau liée semblent jouer un rôle important sur les déformations longitudinales, et pourraient expliquer la non-linéarité de la relation entre les déformations longitudinales et la teneur en eau et les différences entre le bois initial et le bois final en ce qui concerne cette composante de déformations.

Dans la perspective d'approfondir les relations structure-comportement hygromécanique, une analyse multi-échelle du comportement du bois initial et du bois final isolés, et du cerne, a été proposée en utilisant les outils de microtomographie aux rayons X et corrélation d'images volumiques.

Les images de microtomographie aux rayons X de bois analysé à l'échelle du cerne ont des caractéristiques qui nécessitent d'être prises en compte pour effectuer une analyse par corrélation d'images volumiques, en particulier le marquage des images présente une certaine périodicité et est anisotrope, et le contraste varie dans le cerne du bois initial vers le bois final. Une procédure adaptée à ces images a été mise en place en détectant les mesures non pertinentes avec un critère local sur le coefficient de corrélation. L'utilisation d'une telle procédure a permis de mesurer de manière pertinente et systématique les champs de déformation hygromécanique dans le bois initial, le bois final et le cerne dans tout le domaine hygroscopique.

Cette étude a permis de mettre en évidence des hétérogénéités des champs de déformation, qui peuvent être reliées à des hétérogénéités de la structure du bois. Dans la direction radiale, une évolution des déformations hygromécaniques a été mise en évidence, particulièrement prononcée dans la phase de bois final. Cette hétérogénéité radiale a été retrouvée dans les profils de densité. Ces résultats ont ainsi permis de montrer qu'une représentation du cerne par un matériau à gradient local de propriétés est plus appropriée qu'une représentation par seulement deux, voire trois constituants, comme cela est généralement considéré dans la littérature. De plus, il a été montré que cette

hétérogénéité radiale, pour des raisons de compatibilité de déformation, entraine des variations de courbure du bois final, et même du bois initial, pour lequel elle n'était pas suspectée d'exister compte tenu de sa faible hétérogénéité radiale.

La présence de fluctuations à une échelle plus fine (quelques cellules) du champ des déformations tangentielles du bois initial, du bois final et du cerne a aussi été observée. Ces fluctuations, qui semblent principalement être présentes dans la direction tangentielle, évoluent de manière cohérente avec la teneur en eau, suggérant une influence de la microstructure à l'échelle cellulaire. Deux hypothèses ont été proposées : d'une part, les rayons ligneux pourraient être à l'origine de ces hétérogénéités, qui apparaissent toutefois dans le bois initial et dans le bois final indiquant que leur effet serait similaire dans les deux tissus ; d'autre part, cette hétérogénéité pourrait aussi être induite par l'alignement radial des trachéides, issu du processus de croissance de l'arbre, et induisant une échelle d'hétérogénéité intermédiaire entre le cerne et les cellules.

En outre, la linéarité des relations déformations-teneur en eau a pu être discutée au travers de cette étude. A l'échelle globale, une évolution non-linéaire des déformations longitudinales au cours de l'adsorption a été retrouvée, alors qu'une évolution beaucoup plus linéaire a été mise en évidence au cours de la désorption, révélant la présence d'une hystérésis dans la relation déformations longitudinales-teneur en eau. De plus, une augmentation avec la teneur en eau de l'anisotropie dans le plan transverse a pu aussi être mise en évidence dans le bois initial, montrant une évolution non linéaire avec la teneur en eau des déformations radiales et tangentielles.

Par ailleurs, grâce à cette approche locale, des relations très peu dispersées entre la densité et les déformations hygromécaniques ont été mesurées à l'échelle du cerne dans tout le domaine hygroscopique, affranchies des niveaux supérieurs de variabilité. La densité semble donc être un paramètre structural qui permet d'avoir une bonne description du comportement hygromécanique. Ces relations ont pu notamment être utilisées pour relier les coefficients de gonflement à la densité sous l'hypothèse que les déformations mesurées dans le bois initial et le bois final sont des déformations hydriques.

Des interactions mécaniques au sein du cerne ont été mises en évidence en comparant le comportement hygromécanique des tissus isolés avec le comportement des tissus couplés, mais aussi au travers d'une amplitude différente de la variation de courbure des deux tissus isolés. Ces interactions semblent plus compliquées qu'au sein d'un simple matériau bicouche, confirmant le besoin de prendre en compte les gradients locaux de propriétés pour comprendre et prévoir le comportement hygromécanique du cerne. L'évolution très régulière des déformations tangentielles et longitudinales dans la direction radiale laisse également croire que des interactions mécaniques sont présentes au sein même du bois initial et du bois final : les déformations tangentielles mesurées seraient l'association d'une déformation de gonflement libre mais incompatible et d'une déformation mécanique assurant la compatibilité.

Dans le but de mieux comprendre et quantifier les interactions intra-cerne, un modèle numérique considérant une représentation multicouche du cerne a été développé pour prendre en compte son hétérogénéité radiale. Le paramètre densité a été utilisé pour décrire à la fois les propriétés hydriques locales, à partir des relations entre les coefficients de gonflement et la densité mesurées expérimentalement, et les propriétés élastiques locales en utilisant des données de la littérature. Ce modèle a permis une bonne prévision qualitative des déformations hygromécaniques comparativement aux mesures expérimentales. Un développement supplémentaire serait cependant nécessaire pour permettre une prévision plus quantitative du comportement à l'échelle du cerne.

Outre la prévision des déformations, ce modèle a aussi permis de montrer la présence de contraintes mécaniques tangentielles et longitudinales au sein du cerne. De telles contraintes ont aussi été mises en évidence dans les tissus isolés, plus élevées dans le bois final que dans le bois initial. Les résultats ont montré une sensibilité notable aux modules d'élasticité tangentiels qui mériteraient d'être mesurés expérimentalement.

Ainsi, ce travail a permis de contribuer à mieux comprendre le comportement hygromécanique du bois sur différents aspects : les différences de propriétés de sorption et de comportement hygromécanique entre le bois initial et le bois final, les mécanismes de déformation dans la direction longitudinale, la localisation de l'eau liée dans l'ultrastructure du bois, la linéarité des relations entre les déformations hygromécaniques et la teneur en eau, les relations entre les déformations hygromécaniques et la densité du bois ou encore la quantification des interactions mécaniques au sein du cerne.

Perspectives et améliorations

Des expériences complémentaires de relaxométrie du proton permettraient de compléter la caractérisation des deux composantes d'eau liée sur le plan thermodynamique en déterminant les isothermes de sorption des deux composantes d'eau liée à différentes températures ou encore en déterminant les isothermes de désorption qui permettraient en plus de mettre en évidence des phénomènes d'hystérésis. Deux études semblent également importantes à réaliser pour vérifier l'hypothèse proposée quant à la localisation de ces deux composantes d'eau liée dans l'ultrastructure du bois. D'une part, la quantification des cinétiques de sorption de ces composantes permettrait de différencier l'accessibilité de ces composantes à leurs sites de sorption respectifs. D'autre part, on pourrait imaginer une expérience similaire sur les polymères structuraux du bois séparés, cellulose, hémicelluloses et lignine, pour identifier les environnements des deux composantes d'eau liée. Dans le même esprit, une étude sur du bois traité thermiquement permettrait d'éliminer les hémicelluloses tout en conservant la structure interne de la paroi cellulaire. Enfin, en ce qui concerne le modèle de l'ultrastructure, la prévision du comportement hygromécanique des tissus à partir de ces phénomènes de sorption pourrait être améliorée en prenant en compte les échelles pariétales et cellulaires du bois dont la structure devrait avoir une influence notable sur le comportement dans le plan transverse.

Par ailleurs, il serait intéressant de connaître l'origine des fluctuations tangentielles du champ des déformations tangentielles et de vérifier l'une, ou les deux hypothèses proposées dans ce travail. Une première méthode pourrait être d'approfondir l'étude des images actuelles en essayant de corréler la position des rayons ligneux et le champ des déformations tangentielles, dans l'esprit du travail présenté en annexe. Cette étude pourrait être réalisée sur des images à plus hautes résolutions afin de la mener à l'échelle cellulaire. Les conclusions quant à l'effet des rayons ligneux sur le comportement dans le plan transverse du bois ne sont pas encore claires dans la littérature concernant les bois résineux, montrant ainsi l'intérêt de mener une telle étude, pour laquelle il faudrait être le plus quantitatif possible. Une analyse à cette échelle pourrait aussi permettre d'étudier l'influence de l'arrangement cellulaire.

Pour être plus quantitatif sur la comparaison entre les comportements des tissus isolés et couplés, il pourrait être imaginé de mener une étude similaire à celle réalisée dans ce travail, mais sur un unique échantillon, en le découpant petit à petit pour libérer progressivement les contraintes mécaniques. L'échantillon initial pourrait être constitué de plusieurs cernes afin d'étudier le comportement à l'échelle macroscopique et de voir l'influence de l'interface brutale entre la zone terminale d'un cerne et le début du cerne suivant.

Des améliorations du protocole expérimental de l'expérience de microtomographie aux rayons X pourraient être réalisées. Des précautions sur la nature des références et leur position dans les images de microtomographie aux rayons X pourraient aussi être prises pour éviter la présence des artefacts dans les images et permettre d'avoir des profils de densité complets des échantillons. Cela permettrait aussi de pouvoir quantifier l'évolution des niveaux de gris avec la teneur en eau pour mesurer un champ de teneur en eau dans les échantillons. De plus, le dispositif de maintien d'humidité relative pourrait être amélioré pour assurer à la fois une meilleure maîtrise et un contrôle de l'humidité, et pour avoir des mesures précises de la température et de l'humidité relative au cours du scan. L'ajout d'un système de pesée dans le dispositif pourrait également être intéressant afin d'avoir accès à la teneur en eau au cours de l'acquisition des images.

Enfin, en ce qui concerne le modèle numérique à l'échelle du cerne, son état actuel pourra permettre d'étudier l'influence de divers paramètres tels que les propriétés élastiques, les propriétés hydriques, la texture du cerne, l'ajout d'une couche terminale très dense à la fin du cerne ou encore l'évolution des déformations hygromécaniques et des contraintes mécaniques avec la teneur en eau. Il pourra aussi être utilisé pour étudier le comportement hygromécanique aux échelles supérieures, en partant de profils de densité d'échantillons constitués de plusieurs cernes, pour étudier notamment les mécanismes qui existent à la transition brutale entre la fin d'un cerne et le début du cerne suivant.

Pour rendre cet outil plus quantitatif et prédictif, l'identification des paramètres d'entrée du modèle devrait être approfondie. Une série de micro-essais de gonflement du bois pourrait être réalisée pour affiner la relation entre les déformations hydriques et la densité. Ces expériences seraient cependant très lourdes à réaliser. Les paramètres d'entrée pourraient sinon être identifiés par une méthode inverse qui viserait à les optimiser en minimisant l'écart entre l'expérience et la prévision. Par ailleurs, les relations entre les modules d'élasticité et la densité pourraient être mises en place à partir d'expériences, dans le même esprit que les coefficients de gonflement, car le modèle a montré la sensibilité du comportement hygromécanique aux modules d'élasticité.

Références

[1] H. Jacquet, Savoir & Faire : Le Bois, Actes Sud éd., Arles, 2015.

[2] FAO, «Production et commerce mondial des produits forestiers en 2015,» FAOSTAT Statistics Database - Forestry, 2015.

[3] IGN, *Le mémento inventaire forestier. La forêt en chiffres et en cartes.,* Saint-Mandé, 2016.

[4] N. Hoyet, Matériaux et architecture durable, Dunod éd., Paris, 2013.

[5] J. Behaghel, «Le renouveau du bois dans la construction,» *La Jaune et la Rouge,* vol. 578, 2002.

[6] A. D'Amecourt, F. Houllier, P.-R. Lemas et J.-C. Sève, «Plan recherche et innovation 2025 pour la filière forêt-bois. Synthèse pour décideurs,» 2016.

[7] F. Cailliez, J. Gril et B. Thibaut, «Le bois, écomatériau par excellence,» *La Jaune et la Rouge,* vol. 578, 2002.

[8] M. Ashby et D. Cebon, «Materials selection in mechanical design,» *Journal de Physique IV Colloque,* vol. 3, n°1C7, pp. C7-1-C7-9, 1993.

[9] A. Barillon, C. Barthod et J.-L. Peyron, «Le secteur de la forêt et du bois,» *La Jaune et la Rouge,* vol. 578, 2002.

[10] D. Guinard, «Le bois au XXiè siècle,» *La Jaune et la Rouge,* vol. 578, 2002.

[11] M.-C. Trouy, «MOOC Anatomie du bois,» Fun, 2017.

[12] M. Moutee, Modélisation du comportement mécanique du bois au cours du séchage, PhD Thesis: Université Laval, Canada, 2006.

[13] P. Navi et F. Heger, Comportement thermo-hydromécanique du bois, Lausanne: Presses polytechniques et universitaires romandes, 2005.

[14] P. Perré, Fundamentals of Wood Drying, A.R.BO.LOR, 2007.

[15] J. Gril, Une modélisation du comportement hydro-rhéologique du bois à partir de sa microstructure, PhD thesis: Université Pierre et Marie Curie (Paris 6), France, 1988.

[16] J. D. Boyd, «An anatomical explanation for visco-elastic and mechano-sorptive creep in wood, and effects of loading rate on stregth,» *New perspectives in wood anatomy,* pp. 171-222, 1982.

[17] L. Salmén, «Micromechanical understanding of the cell-wall structure,» *Comptes Rendues Biologies,* vol. 327, pp. 873-880, 2004.

[18] E. T. Engelund, L. G. Thygesen, S. Svensson et C. A. S. Hill, «A critical discussion of the physics of wood-water interactions,» *Wood Science and Technology,* vol. 47, pp. 141-161, 2013.

[19] R. Hernandez, «Moisture sorption properties of hardwoods as affected by their extraneous substances, wood density, and interlocked grain,» *Wood and Fiber Science,* vol. 39, n°11, pp. 132-145, 2007.

[20] R. Hernandez, «Swelling properties of hardwoods as affected by their extraneous substances, wood density and interlocked grains,» *Wood and Fiber Science,* vol. 39, n°11, pp. 146-158, 2007.

[21] R. Rowell, The chemistry of solid wood, Seattle: American Chemical Society, 1984.

[22] D. D. Stokke, Q. Wu et G. Han, Introduction to Wood and Natural Fiber Composites, Wiley éd., 2013.

[23] J. Bossu, J. Beauchêne, Y. Estevez, C. Duplais et B. Clair, «New insights on wood dimensional stability influences by secondary metabolites: the case of a fast-growing tropical species Bagassa guianensis Aubl.,» *PLoS ONE,* vol. 11, n°13, 2016.

[24] C. Skaar, Wood-water relations, Berlin: Springer-Verlag, 1988.

[25] P. Perré et E. Badel, «De l'eau dans l'arbre à l'eau dans le matériau bois : une introduction,» *Revue Forestière Française,* vol. LVIII, n°14, pp. 305-315, 2006.

[26] S. Brunauer, L. S. Deming, W. E. Deming et E. Teller, «On the theory of the van der Waals adsorption of gases,» *Journal of the American Chemical Society,* vol. 62, pp. 1723-1732, 1940.

[27] I.U.P.A.C., K. S. W. Sing, D. H. Everett, R. A. W. Haul, L. Moscou, R. A. Pierotti, J. Rouquerol et T. Siemeneawska, «Reporting physisorption data for gas/solid systems with special reference to the determination of surface area and porosity,» *Pure and Applied Chemistry,* vol. 57, n°14, pp. 603-619, 1985.

[28] S. Brunauer, P. Emmett et E. Teller, «Adsorption of gases in multimolecular layers,» *Journal of the American Chemical Society,* vol. 60, n°12, pp. 309-319, 1938.

[29] R. Dent, «A multilayer theory for gas sorption. Part I: sorption of a single gas,» *Textile Research Journal,* vol. 47, n°12, pp. 145-152, 1977.

[30] A. Hailwood et S. Horrobin, «Absorption of water by polymers. Analysis in terms of a simple model,» *Trans. Faraday Soc.,* vol. 42B, pp. 84-92, 94-102, 1946.

[31] W. Willems, «A critical review of the multilayer sorption models and comparison with the sorption site occupancy (SSO) model for wood moisture sorption isotherm analysis,» *Holzforschung,* vol. 69, n°11, pp. 67-75, 2015.

[32] K. Kulasinski, R. Guyer, D. Derome et J. Carmeliet, «Water adsorption in wood microfibril-hemicellulose system: role od the crystalline-amorphous surface,» *Biomacromolécules,* vol. 16, pp. 2972-2978, 2015.

[33] D. Derome, M. Griffa, M. Koebel et J. Carmeliet, «Hysteretic swelling of wood at cellular scale probed by phase-contrast X-ray tomography,» *Journal of structural biology,* vol. 173, pp. 180-190, 2011.

[34] T. Neimsuwan, S. Wang, A. Taylor et T. Rials, «Statics and kinetics of water vapor sorption of small loblolly pine samples,» *Wood Science and Technology,* vol. 42, pp. 493-506, 2008.

[35] C. Hill, J. Ramsay et B. Gardiner, «Variability in water vapour sorption isotherm in Japanese Larch (Larix kaempferi Lamb.) - earlywood and latewood influences,» *International Wood Products Journal,* vol. 6, n°12, pp. 53-59, 2015.

[36] V. Sharrat, C. Hill, J. Zaihan et D. P. Kint, «The influence of photodegradation and weathering on the water vapour sorption kinetic behaviour of scots pines earlywood and latewood,» *Polymer degradation and stability,* vol. 96, n°17, pp. 1210-1218, 2011.

[37] D. Guitard, Mécanique du matériau bois et composites, CEPADUES-EDITIONS éd., Toulouse, 1987.

[38] F. Kollmann et W. Côté, Principles of Wood Science and Technology. I - Solid Wood, Springer Verlag éd., New-York, 1968.

[39] K. Persson, Micromechanical modelling of wood and fibre properties, PhD thesis: Lund University, Sweden, 2000.

[40] F. Farruggia et P. Perré, «Microscopic tensile tests in the transverse plane of earlywood and latewood parts of spruce,» *Wood Science and Technology,* vol. 34, pp. 65-82, 2000.

[41] J. Boutelje, «The relationship of structure to transverse anisotropy in wood with reference to shrinkage and elasticity,» *Holzforschung,* vol. 16, n°12, pp. 33-46, 1962.

[42] B. Thibaut, *Communication Ecole Thématique Pluribois du GDR Sciences du Bois,* 2015.

[43] P. C. Botosso, Une méthode de mesure du retrait microscopique du bois : Application à la prédiction du retrait tangentiel d'éprouvettes de bois massif de Sapin pectiné (Abies alba Mill.), PhD thesis: Université Henri Poincaré - Nancy I, France, 1997.

[44] R. Keylwerth, «Untersuchungen über freie und behinderte Quellung von Holz - Erste Mitteilung: Freie Quellung,» *Holz als Roh- und Werkstoff,* vol. 20, n°17, pp. 252-259, 1962.

[45] M. Goulet et Y. Fortin, «Mesures du gonflement de l'érable à sucre au cours d'un cycle de sorption d'humidité à 21°C,» *Notes de recherche N°12 - Département d'exploitation et utilisation des bois, Université Laval, Québec,* pp. 1-49, 1975.

[46] R. Hernandez, «Influence of moisture sorption history on the swelling of sugar maple wood and some tropical hardwoods,» *Wood Science and Technology,* vol. 27, pp. 337-345, 1993.

[47] P. Perré et F. Huber, «Measurement of free shrinkage at the tissue level using an optical microscope with an immersion objective: results obtained for Douglas fir (Pseudotsuga menziesii) and spruce (Picea abies),» *Ann. For. Sci.,* vol. 64, pp. 255-265, 2007.

[48] A. Patera, D. Derome, M. Griffa et J. Carmeliet, «Hysteresis in swelling and in sorption of wood tissue,» *Journal of Structural Biology,* vol. 182, pp. 226-234, 2013.

[49] A. Taylor, B. Plank, G. Standfest et A. Petutschnigg, «Beech wood shrinkage observed at the microscale by a time series of X-ray computed tomographs (µXCT),» *Holzforschung,* vol. 67, n°12, pp. 201-205, 2013.

[50] J. Quirk, «Shrinkage and related properties of Douglas-Fir cell walls,» *Wood and Fiber Science,* vol. 16, n°11, pp. 115-133, 1984.

[51] U. Watanabe, M. Norimoto, M. Fujita et J. Gril, «Transverse shrinkage anisotropy of coniferous wood investigated by the power spectrum analysis,» *Journal of Wood Science,* vol. 44, pp. 9-14, 1998.

[52] G. Almeida, F. Huber et P. Perré, «Free shrinkage of wood determined at the cellular level using an environmental Scanning Electron Microscope,» *Maderas. Ciencia y tecnologia,* vol. 16, n°12, pp. 187-198, 2014.

[53] USDA, «Longitudinal shrinkage of wood,» *Technical note, Forest Products Laboratory, United States Forest Service,* vol. 234, 1930.

[54] R. Hann, «Longitudinal shrinkage in seven species of wood,» *Research note USDA Forest Service,* vol. 203, 1969.

[55] A. Koehler et R. Luxford, «The longitudinal shrinkage of redwood,» *USDA Forest Service, Forest Products Laboratory,* vol. R1297, 1951.

[56] N. Barber et B. Meylan, «The Anisotropic Shrinkage of Wood,» *Holzforschung,* vol. 18, n° %15, pp. 146-156, 1964.

[57] N. Barber, «A Theoretical Model of Shrinking Wood,» *Holzforschung,* vol. 22, n°14, pp. 97-103, 1968.

[58] I. Cave, «A Theory of the Shrinkage of Wood,» *Wood Science and Technology,* vol. 6, pp. 284-292, 1972.

[59] I. Cave, «Modelling Moisture-Related Mechanical Properties of Wood. Part I : Properties of the Wood Constituents,» *Wood Science and Technology,* vol. 12, pp. 75-86, 1978.

[60] B. Meylan, «The Influence of Microfibril Angle on the Longitudinal Shrinkage-Moisture Content Relationship,» *Wood Science and Technology,* vol. 6, pp. 293-301, 1972.

[61] M. Welch, «The longitudinal variation of timber during seasoning,» *J. and Proc. Royal Soc.,* vol. 66, pp. 249-254, 1932.

[62] D. G. Hunt, «Longitudinal shrinkage-moisture relations in softwood,» *Journal of Materials Science,* vol. 25, pp. 3671-3676, 1990.

[63] K. Abe et H. Yamamoto, «Behavior of the cellulose microfibril in shrinking woods,» *Journal of Wood Science,* vol. 52, pp. 15-19, 2006.

[64] E. Badel et P. Perré, «Using a digital X-ray imaging device to measure the swelling coefficients of a group of wood cells,» *NDT&E International,* vol. 34, pp. 345-353, 2001.

[65] A. Patera, 3D experimental investigation of the hygro-mechanical behaviour of wood at cellular and sub-cellular scales, PhD thesis: ETH Zürich, Switzerland, 2014.

[66] W. Barkas, «Wood water relationships, VI. The influence of ray cells on the shrinkage of wood,» *Transactions of the Faraday Society,* vol. 37, pp. 535-547, 1941.

[67] S. Koponen, T. Toratti et P. Kanerva, «Modelling elastic and shrinkage properties of wood based on cell structure,» *Wood Sci. Technol.,* vol. 25, pp. 25-32, 1991.

[68] S. Koponen, T. Toratti et P. Kanerva, «Modelling longitudinal elastic and shrinkage properties of wood,» *Wood Sci. Technol.,* vol. 23, pp. 55-63, 1989.

[69] A. Mariaux, «La section transversale de fibre observée avant et après séchage sur bois massif,» *Revue Bois et Forêts des Tropiques,* vol. 221, pp. 65-76, 1989.

[70] A. Rafsanjani, Multiscale poroelastic model: bridging the gap from cellular to macroscopic scale, PhD thesis: ETH Zürich, Switzerland, 2013.

[71] K. Murata et M. Masuda, «Observation of the Swelling Behavior of Coniferous Cells Using a Confocal Scanning Laser Microscope and a Digital Image Correlation Method,» *Materials Science Research International,* vol. 7, n°13, pp. 200-205, 2001a.

[72] H. Sakagami, J. Matsumura et K. Oda, «Shrinkage of tracheid cells with desorption vizualized by confocal laser scanning microscopy,» *IAWA Journal,* vol. 28, n°11, pp. 29-37, 2007.

[73] A. Taguchi, K. Murata et T. Nakano, «Observation of cell shapes in wood cross-sections during water adsorption by confocal laser-scanning microscopy (CLSM),» *Holzforschung,* vol. 64, pp. 627-631, 2010.

[74] K. Murata et M. Masuda, «Observation of microscopic swelling behavior of the cell wall,» *J. Wood Sci.,* vol. 47, pp. 507-509, 2001b.

[75] A. Rafsanjani, D. Derome et J. Carmeliet, «Micromechanics investigation of hygro-elastic behavior of cellular materials with multi-layered cell walls,» *Composite Structures,* vol. 95, pp. 607-611, 2013.

[76] R. Preston, «The organisation of the cell wall of the conifer tracheid,» *Phil. Trans. B,* vol. 224, p. 131, 1934.

[77] H. Gu, A. Zink-Sharp et J. Sell, «Hypothesis on the role of cell wall structure in differential transverse shrinkage of wood,» *Holz als Roh- und Werkstoff,* vol. 59, pp. 436-442, 2001.

[78] D. Keunecke, K. Novosseletz, C. Lanvermann, D. Mannes et P. Niemz, «Combination of X-ray and digital image correlation for the analysis of moisture-induced strain in wood: opportunities and challenges,» *Eur. J. Wood Prod.,* vol. 70, pp. 407-413, 2012.

[79] C. Lanvermann, F. K. Wittel et P. Niemz, «Full-field moisture content induced deformation in Norway spruce: intra-ring variation of transverse swelling,» *Eur. J. Wood Prod.,* vol. 72, pp. 43-52, 2014.

[80] S. Care, N. Lenoir, F. Bertrand et M. Bornert, «Microstructural and multiscale characterization of wood subjected to humidity by X-ray microtomography and Magnetic Resonance Imaging,» chez *1st International Conference on Tomography of Materials and Structures*, Ghent, Belgium, 2013.

[81] A. Rafsanjani, C. Lanvermann, P. Niemz, P. Carmeliet et D. Derome, «Multiscale analysis of free swelling of Norway spruce,» *Composites: Part A,* vol. 54, pp. 70-78, 2013.

[82] France Douglas, «Le Douglas, un choix naturel pour la construction,» Imp. Rivet Presse Edition, Limoges, 2012.

[83] D. Bolmont et M. Fouchard, Le guide du bois et de ses dérivés, La Plaine Saint-Denis: AFNOR Editions, 2010.

[84] R. Alcantara, «Etude du comportement du bois sous sollicitations hydriques,» Rapport de stage de master I, Laboratoire Navier, 2016.

[85] K. Meyer et L. Misch, «Positions des atomes dans le nouveau modèle spatial de la cellulose,» *Helvetica Chimica Acta,* vol. 20, pp. 232-244, 1937.

[86] J. Ruelle, Analyse de la diversité du bois de tension de 3 espèces d'angiospermes de forêt tropicale humide de Guyane Française, PhD thesis: Université Antilles Guyane, France, 2006.

[87] C. Montero, Caractérisation du comportement viscoélastique asymptotique du bois, PhD thesis: Université Montpellier 2, 2010.

[88] S. Chafe, «Collapse, volumetric shrinkage, specific gravity and extractives in Eucalyptus and other species,» *Wood Science and Technology,* vol. 20, pp. 293-307, 1986.

[89] A. Sharp, M. Riggin et R. Kaiser, «Determination of moisture content of wood by pulsed nuclear magnetic resonance,» *Wood and Fiber,* vol. 10, n°12, pp. 74-81, 1978.

[90] R. Menon, A. MacKay, J. Hailey, M. Bloom, A. Burgess et J. Swanson, «An NMR determination of the physiological water distribution in wood during drying,» *Journal of Applied Polymer Science,* vol. 33, pp. 1141-1155, 1987.

[91] C. D. Araujo, A. L. MacKay, J. R. T. Hailey et K. P. Whittall, «Proton magnetic resonance techniques for characterization of water in wood: application to white spruce,» *Wood Science and Technology,* vol. 26, pp. 101-113, 1992.

[92] C. D. Araujo, S. Avramidis et A. L. MacKay, «Behaviour of solid wood and bound water as a function of moisture content: a proton magnetic resonance study,» *Holzforschung,* vol. 48, pp. 69-74, 1994.

[93] N. Labbé, B. De Jéso, J.-C. Lartigue, G. Daudé, M. Pétraud et M. Ratier, «Moisture content and extractive materials in Maritime Pine wood by low field 1H NMR,» *Holzforschung,* vol. 56, pp. 25-31, 2002.

[94] G. Almeida, S. Gagné et R. E. Hernandez, «A NMR study of water distribution in hardwoods at several equilibrium moisture contents,» *Wood Science and Technology,* vol. 41, pp. 293-307, 2007.

[95] J. Cox, P. J. McDonald et B. A. Gardiner, «A study of water exchange in wood by means of 2D NMR relaxation correlation and exchange,» *Holzforschung,* vol. 64, pp. 259-266, 2010.

[96] V.-V. Telkki, M. Yliniemi et J. Jokisaari, «Moisture in softwoods: fiber saturation point, hydroxyl site content, and the amount of micropores as determined from NMR relaxation time distributions,» *Holzforschung,* vol. 67, pp. 291-300, 2013.

[97] M. Sasaki, T. Kawai, A. Hirai, T. Hashi et A. Odajima, «A study of sorbed water on cellulose by pulsed NMR technique,» *Journal of the Physical Society of Japan,* vol. 15, n°19, pp. 1652-1657, 1960.

[98] E. Vittadini, L. Dickinson et P. Chinachoti, «1H and 2H NMR mobility in cellulose,» *Carbohydrate Polymers,* vol. 46, pp. 49-57, 2001.

[99] P. Faure, S. Caré, C. Po et S. Rodts, «An MRI-SPI and NMR relaxation study of drying-hydration coupling effect on microstructure of cement-based materials at early age,» *Magnetic Resonance Imaging,* vol. 23, n°12, pp. 311-314, 2005.

[100] P. Faure et S. Rodts, «Proton NMR relaxation as a probe for setting cement pastes,» *Magnetic Resonance Imaging,* vol. 26, pp. 1183-1196, 2008.

[101] P. Faure, U. Peter, D. Lesueur et P. Coussot, «Water transfers within Hemp Lime Concrete followed by NMR,» *Cement and Concrete Research,* vol. 42, pp. 1468-1474, 2012.

[102] M. Javed, P. Kekkonen, S. Ahola et V.-V. Telkki, «Magnetic resonance imaging study of water absorption in thermally modified pine wood,» *Holzforschung,* vol. 69, pp. 899-907, 2015.

[103] E. Hahn, «An accurate nuclear magnetic resonance method for measuring spin-lattice relaxation times,» *Physical Review,* vol. 76, pp. 145-147, 1949.

[104] H. Carr et E. Purcell, «Effects of diffusion on free precession in nuclear magnetic resonance experiments,» *Physical Review,* vol. 94, n°13, pp. 630-638, 1954.

[105] S. Meiboom et D. Gill, «Modified spin-echo method for measuring nuclear relaxation times,» *The Review of Scientific Instruments,* vol. 29, n°18, pp. 688-691, 1958.

[106] K. Whittall et A. MacKay, «Quantitative interpretation of NMR relaxation data,» *Journal of Magnetic Resonance,* vol. 84, pp. 134-152, 1989.

[107] R. Brown, «Information available and unavailable from multiexponential relaxation data,» *Journal of Magnetic Resonance,* vol. 82, pp. 539-561, 1989.

[108] A. English, K. Whittall, M. Joy et R. Henkelman, «Quantitative two-dimensional time correlation relaxometry,» *Magnetic Resonance in Medicine,* vol. 22, pp. 425-434, 1991.

[109] Y. Song, L. Venkataramanan, M. Hürlimann, M. Flaum, P. Frulla et C. Straley, «T1-T2 correlation spectra obtained using a fast two-dimensional Laplace inversion,» *Journal of Magnetic Resonance,* vol. 154, pp. 261-268, 2002.

[110] A. Abragam, The Principles of Nuclear Magnetism, Clarendon Press éd., Oxford, 1961.

[111] S. Rodts et D. Bytchenkoff, «Structural properties of 2D NMR relaxation spectra of diffusive systems,» *Journal of Magnetic Resonance,* vol. 205, n°1315-318, 2010.

[112] D. Bytchenkoff et S. Rodts, «Structure of the two-dimensional relaxation spectra seen within the eigenmode perturbation theory and the two-site exchange model,» *Journal of Magnetic Resonance,* vol. 208, pp. 4-19, 2011.

[113] J. Butler, J. Reeds et S. Dawson, «Estimating solutions of first kind integral equations with nonnegative constraints and optimal smoothing,» *SIAM J. Numer. Anal.,* vol. 18, n°13, pp. 381-397, 1981.

[114] M. Fourmentin, Impact de la répartition et des transferts d'eau sur les propriétés des matériaux de construction à base de chaux formulées, PhD thesis: Université Paris-Est, France, 2015.

[115] H. Meier et K. C. B. Wilkie, «The distribution of polysaccharides in the cell-wall of tracheids of Pine (Pinus silvestris L.),» *Holzforschung,* vol. 13, n°16, pp. 177-182, 1959.

[116] F. D'Orazio, S. Bhattacharia et W. Halperin, «Enhanced self-diffusion of water in restricted geometry,» *Physical Review Letters,* vol. 63, n°11, pp. 43-46, 1989.

[117] F. D'Orazio, S. Bhattacharia, W. Halperin, K. Eguchi et T. Mizusaki, «Molecular diffusion and nuclear-magnetic-resonance relaxation of water in unsaturated porous silica glass,» *Physical Review B,* vol. 42, n°116, pp. 9810-9818, 1990.

[118] P. Porion, A. Faugère, P. Levitz, H. VanDamme, A. Raoof, J.-P. Guilbaud et F. Chevoir, «A NMR investigation of adsorption/desorption hysteresis in porous silica gels,» *Magnetic Resonance Imaging,* vol. 16, pp. 679-682, 1998.

[119] L. Donaldson, «Cellulose microfibril aggregates and their size variation with cell wall type,» *Wood Science and Technology,* vol. 41, pp. 443-460, 2007.

[120] L. Salmén et I. Burgert, «Cell wall features with regard to mechanical performance. A review,» *Holzforschung,* vol. 63, pp. 121-129, 2009.

[121] L. Salmén, «Wood morphology and properties from molecular perspectives,» *Annals of Forest Science,* vol. 72, pp. 679-684, 2015.

[122] J. Fahlén et L. Salmén, «Cross-sectional structure of the secondary wall of wood fibers as affected by processing,» *Journal of Materials Science,* vol. 38, n°11, pp. 119-126, 2003.

[123] I. Cave, Mechanical properties of fibre-reinforced materials. The wood-water system, PhD thesis: Victoria University of Wellington, New Zealand, 1973.

[124] B. Bay, T. Smith, D. Fyhrie et M. Saad, «Digital volume correlation: three-dimensional strain mapping using X-ray microtomography,» *Experimental Mechanics,* vol. 39, n°13, pp. 217-226, 1999.

[125] F. Forsberg, X-ray microtomography and digital volume correlation for internal deformation and strain analysis, PhD thesis: Lulea University of Technology, Suède, 2008.

[126] M. Zauner, In-situ synchrotron based tomographic microscopy of uniaxially loaded wood: in-situ testing device, procedures and experimental investigations, PhD thesis: ETH Zürich, Switzerland, 2014.

[127] J.-Y. Buffière et E. Maire, Imagerie 3D en mécanique des matériaux, Lavoisier éd., Paris, 2014, p. 391.

[128] T. T. Nguyen, Modeling of complex microcracking in cement based materials by combining numerical simulations based on a phase-field method and experimental 3D imaging, PhD thesis: Université Paris-Est, France, 2015.

[129] M. Sutton, J.-J. Orteu et H. Schreier, Image Correlation for Shape, Motion and Deformation Measurements, Springer US éd., New-York, 2009.

[130] A. Zink, R. Davidson et R. Hanna, «Strain measurement in wood using a digital image correlation technique,» *Wood and Fiber Science,* vol. 27, n°14, pp. 346-359, 1995.

[131] M. Bornert, F. Brémand, P. Doumalin, D. J.-C., M. Fazzini, M. Grédiac, F. Hild, S. Mistou, J. Molimard, J.-J. Orteu, L. Robert, Y. Surrel, P. Vacher et B. Wattrisse, «Asessment of digital image correlation measurement errors: methodology and results,» *Experimental Mechanics,* vol. 49, pp. 353-370, 2009.

[132] F. Forsberg, R. Mooser, M. Arnold, E. Hack et P. Wyss, «3D micro-scale deformations of wood in bending: Synchrotron radiation µCT data analyzed with digital volume correlation,» *Journal of Structural Biology,* vol. 164, pp. 255-262, 2008.

[133] H. Tran, P. Doumalin, C. Delisee, J. Dupre, J. Malvestio et A. Germaneau, «3D mechanical analysis of low-density wood-based fiberboards by X-ray microcomputed tomography and digital volume correlation,» *Journal of Materials Science,* vol. 48, n°18, pp. 3198-3212, 2013.

[134] P. Doumalin, «Microextensométrie Locale par Corrélation d'Images Numériques,» 2000.

[135] F. Amiot, M. Bornert, P. Doumalin, J.-C. Dupré, M. Fazzini, J.-J. Orteu, C. Poilâne, L. Robert, R. Rotinat, E. Toussaint, B. Wattrisse et J.-S. Wienin, «Assessment of Digital Image Correlation Measurement Accuracy in the Ultimate Error Regime: Main Results of a Collaborative Benchmark,» *Strain,* vol. 49, pp. 483-496, 2013.

[136] A. Gaye, «Analyse multi-échelle des mécanismes de déformation du sel gemme par mesures de champs surfaciques et volumiques,» 2015.

[137] N. Lenoir, M. Bornert, J. Desrues, P. Bésuelle et G. Viggiani, «Volumetric digital image correlation applied to X-ray microtomography images from triaxial compression tests on argillaceous rock,» *Strain,* vol. 43, pp. 193-205, 2007.

[138] C. Dao, «Analyse du comportement hygromécanique du bois à l'échelle des cernes,» Rapport de stage de Master II, Laboratoire Navier, 2017.

Annexe A – Comparaison de l'angle des microfibrilles des parois radiales et tangentielles

Un essai de faisabilité pour comparer les angles des microfibrilles des parois radiales et tangentielles a été réalisé avec la technique de DRX, dans une perspective d'expliquer, le cas échéant, les différences de comportement entre le bois initial et le bois final en termes d'anisotropie RT.

Des mesures d'AMF par DRX, effectuées avec la méthode décrite dans le Chapitre 1, ont été réalisées sur des petits échantillons de bois initial et de bois final de taille 1,7x1,7x3,4 mm^3 prélevés dans le cerne 14 du côté 2 du barreau. Leur protocole de préparation est le même que celui des échantillons de la série C. Ces mesures ont été réalisées en alignant le faisceau de rayons X avec la direction radiale (AMF des parois tangentielles mesuré) puis avec la direction tangentielle (AMF des parois radiales mesuré).

Dans le cas du bois initial, l'AMF des parois radiales est légèrement plus élevé que l'AMF des parois tangentielles (différence moyenne de 2,2° sachant que la dispersion des mesures intra-échantillon est de 0,2°). Une dispersion assez importante de cet écart entre les échantillons est cependant observée. En revanche, pour le bois final, la paroi tangentielle a un AMF plus élevé que la paroi radiale, mais cette différence est relativement faible (différence moyenne de -0,7°).

Tableau A.1 – Comparaison de l'AMF des parois radiales et tangentielles.

	Bois initial	**Bois final**
θ_R - θ_T (échantillon 1)	3,3°	-0,6
θ_R - θ_T (échantillon 2)	2,6°	-0,8
θ_R - θ_T (échantillon 3)	0,8°	-
θ_R - θ_T (moyenne)	**2,2°**	**-0,7°**
Ratio R/T (échantillon 1)	1,10	0,98
Ratio R/T (échantillon 2)	1,07	0,97
Ratio R/T (échantillon 3)	1,02	-
Ratio R/T (moyenne)	**1,07**	**0,97**

Annexe B – Démonstration du critère local sur le coefficient de corrélation

Dans cette annexe, les démonstrations de la seconde expression de C_3 présentée dans ce travail et de l'expression de $C_{3_{idéal}}$ sont proposées.

1. Démonstration la relation suivante :

$$C_3(\phi)= \frac{\min\limits_{b,c} \int_D (f - c.g - b)^2 d\underline{x}}{\int_D (f - \bar{f})^2 d\underline{x}}$$

Pour simplifier l'écriture, les notations suivantes sont adoptées :

- $f(\underline{x})$ est noté f
- $\int_D f(\underline{x})$ est noté $\bar{f}$
- $g\left[\phi^{0\to h}(\underline{x})\right]$ est noté g
- $\int_D g\left[\phi^{0\to h}(\underline{x})\right]$ est noté $\bar{g}$

La première étape consiste à minimiser l'écart quadratique ci-dessous, noté C_4, en trouvant les valeurs optimales de b et c puis en trouvant la transformation ϕ pour laquelle C_3 est minimal.

$$C_4(\phi) = \min_{\phi,b,c} \int_D (f - c.g - b)^2 d\underline{x}$$

b est optimal lorsque C_4 est minimal, c'est-à-dire lorsque la dérivée par rapport à b de cette expression est nulle :

$$\frac{\partial C_4}{\partial b} = 0$$

$$\frac{\partial \int_D (f - c.g - b)^2 d\underline{x}}{\partial b} = 0$$

$$\int_D -2(f - c.g - b) d\underline{x} = 0$$

$$b = \frac{1}{|D|} \int_D (f - c.g) d\underline{x}$$

$$b = \bar{f} - c\bar{g}$$

De même, c est optimal lorsque C_4 est minimal, c'est-à-dire lorsque la dérivée par rapport à c de cette expression est nulle :

$$\frac{\partial C_4}{\partial c} = 0$$

$$\frac{\partial \int_D (f - c.g - b)^2 d\underline{x}}{\partial c} = 0$$

$$\int_D -2g(f - c.g - b)d\underline{x} = 0$$

$$c\int_D g^2 d\underline{x} + b\int_D g d\underline{x} = \int_D fg d\underline{x}$$

$$c\overline{g^2} + b\overline{g} = \overline{fg}$$

On remplace b par l'expression déterminée précédemment d'où :

$$c = \frac{\overline{fg} - \bar{f}.\bar{g}}{\overline{g^2} - \bar{g}^2}$$

Ainsi, les valeurs optimales de b et c sont :

$$b_{opt} = \bar{f} - \frac{\overline{fg} - \bar{f}.\bar{g}}{\overline{g^2} - \bar{g}^2}\bar{g}$$

$$c_{opt} = \frac{\overline{fg} - \bar{f}.\bar{g}}{\overline{g^2} - \bar{g}^2}$$

L'expression de C_4 devient alors :

$$C_4 = \min_{\phi} \int_D \left(f - \frac{\overline{fg} - \bar{f}.\bar{g}}{\overline{g^2} - \bar{g}^2} g - \bar{f} + \frac{\overline{fg} - \bar{f}.\bar{g}}{\overline{g^2} - \bar{g}^2}\bar{g} \right)^2 d\underline{x}$$

$$C_4 = \min_{\phi} \int_D \left(\left(f - \bar{f}\right) - \left(\frac{\overline{fg} - \bar{f}.\bar{g}}{\overline{g^2} - \bar{g}^2} \right) (g - \bar{g}) \right)^2 d\underline{x}$$

$$C_4 = \min_{\phi} \int_D \left(f - \bar{f}\right)^2 d\underline{x} - \left(\frac{\overline{fg} - \bar{f}.\bar{g}}{\overline{g^2} - \bar{g}^2} \right)^2 \int_D (g - \bar{g})^2 d\underline{x}$$

Avec :

$$\int_D \left(f - \bar{f}\right)^2 d\underline{x} = |D| \left(\overline{f^2} - \bar{f}^2 \right)$$

$$\int_D (g - \bar{g})^2 d\underline{x} = |D| \left(\overline{g^2} - \bar{g}^2 \right)$$

D'où :

$$C_4 = \min_{\phi} |D| \left(\overline{f^2} - \bar{f}^2 \right) - |D| \frac{\left(\overline{fg} - \bar{f}.\bar{g} \right)^2}{\left(\overline{g^2} - \bar{g}^2 \right)}$$

$$C_4 = \min_{\phi} |D| \left(\overline{f^2} - \bar{f}^2 \right) \left[1 - \frac{\left(\overline{fg} - \bar{f}.\bar{g} \right)^2}{\left(\overline{f^2} - \bar{f}^2 \right) \left(\overline{g^2} - \bar{g}^2 \right)} \right]$$

Comme $|D| \left(\overline{f^2} - \bar{f}^2 \right)$ ne dépend pas de ϕ, minimiser C_4 revient à minimiser la quantité :

$$1 - \frac{\left(\overline{fg} - \bar{f}.\bar{g}\right)^2}{\left(\overline{f^2} - \bar{f}^2\right)\left(\overline{g^2} - \bar{g}^2\right)} = 1 - (1 - C_3)^2$$

On obtient finalement :

$$C_3 = \frac{\min\limits_{b,c} \int_D (f - c.g - b)^2 d\underline{x}}{\int_D (f - \bar{f})^2 d\underline{x}}$$

2. Démonstration du critère local :

On part de l'expression de $C_{3_{idéal}}$ démontrée précédemment :

$$C_{3_{idéal}} = C_3(\phi_{idéal}) = \frac{\min\limits_{b,c} \int_D (f - c.g - b)^2 d\underline{x}}{\int_D (f - \bar{f})^2 d\underline{x}}$$

On introduit l'écart-type des niveaux de gris de f dont l'expression est :

$$\sigma_f = \sqrt{\frac{1}{n}\int_D (f - \bar{f})^2 d\underline{x}}$$

On obtient ainsi :

$$C_{3_{idéal}} = \frac{\min\limits_{b,c} \int_D (f - c.g - b)^2 d\underline{x}}{n\sigma_f^2}$$

Le déroulement qui suit permet de relier le numérateur de l'expression ci-dessus à la moyenne des niveaux de gris de l'image de référence.

En présence de bruit dans les images de référence et déformée, celles-ci peuvent se décomposer en signal + bruit. On pose donc :

$$f = f_0 + f_b$$

$$g = g_0 + g_b$$

avec f_0 et g_0 les fonctions non aléatoires décrivant le signal des images et f_b et g_b les fonctions décrivant le bruit des images. f_0 et g_0 sont les espérances statistiques de f et g.

Si la corrélation entre f et g est parfaite, c'est-à-dire si ϕ est la vraie transformation mécanique, et la conservation des niveaux de gris est vérifiée, on a :

$$f_0 = cg_0 + b$$

Par conséquent :

$$\int_D (f - c.g - b)^2 d\underline{x} = \int_D (f_b - c.g_b)^2 d\underline{x}$$

Pour arriver à l'expression du critère local, trois hypothèses doivent être posées.

On suppose tout d'abord que le domaine D est suffisamment grand pour être représentatif du bruit de l'image, ce qui permet de considérer que la moyenne des niveaux de gris sur le volume D est égale à leur moyenne statistique (espérance E) donc :

$$\int_D \left(f_b - c.g_b\right)^2 d\underline{x} \approx E\left(\int_D \left(f_b - c.g_b\right)^2 d\underline{x}\right)$$

$$= \int_D E\left(\left(f_b - c.g_b\right)^2\right) d\underline{x}$$

$$= \int_D V\left(f_b - c.g_b\right) d\underline{x}$$

$$= \int_D V(f_b) d\underline{x} + \int_D V\left(c.g_b\right) d\underline{x}$$

avec V la variance.

On considère ensuite que f_b et g_b sont des bruits indépendants avec les mêmes caractéristiques statistiques au facteur d'échelle près. Le niveau de bruit de l'image g lorsqu'elle est ramenée à l'échelle des niveaux de gris de f, est supposé identique à celui de f donc :

$$\int_D V(f_b) d\underline{x} + \int_D V\left(c.g_b\right) d\underline{x} \approx 2 \int_D V(f_b) d\underline{x}$$

En introduisant l'écart-type du bruit de l'image de référence σ_{ima}, on obtient donc la relation :

$$\int_D \left(f_b - c.g_b\right)^2 d\underline{x} = 2 \int_D {\sigma_{ima}}^2 d\underline{x}$$

Enfin, on fait l'hypothèse que le bruit de l'image est Poissonnien, une hypothèse qui devra être vérifiée, en perspective, pour les images de microtomographie aux rayons X. Avec cette hypothèse, la variance du bruit de l'image est proportionnelle à son espérance soit :

$$2 \int_D {\sigma_{ima}}^2 d\underline{x} \propto 2 \int_D f d\underline{x} = 2|D|\bar{f}$$

Finalement, on obtient l'expression finale, relation de proportionnalité entre $C_{3_{idéal}}$ et l'écart-type et les niveaux de gris moyens de f :

$$C_{3_{idéal}} \propto \frac{\bar{f}}{{\sigma_f}^2}$$

Annexe C – Evolution des profils de déformations avec la teneur en eau au cours de la désorption

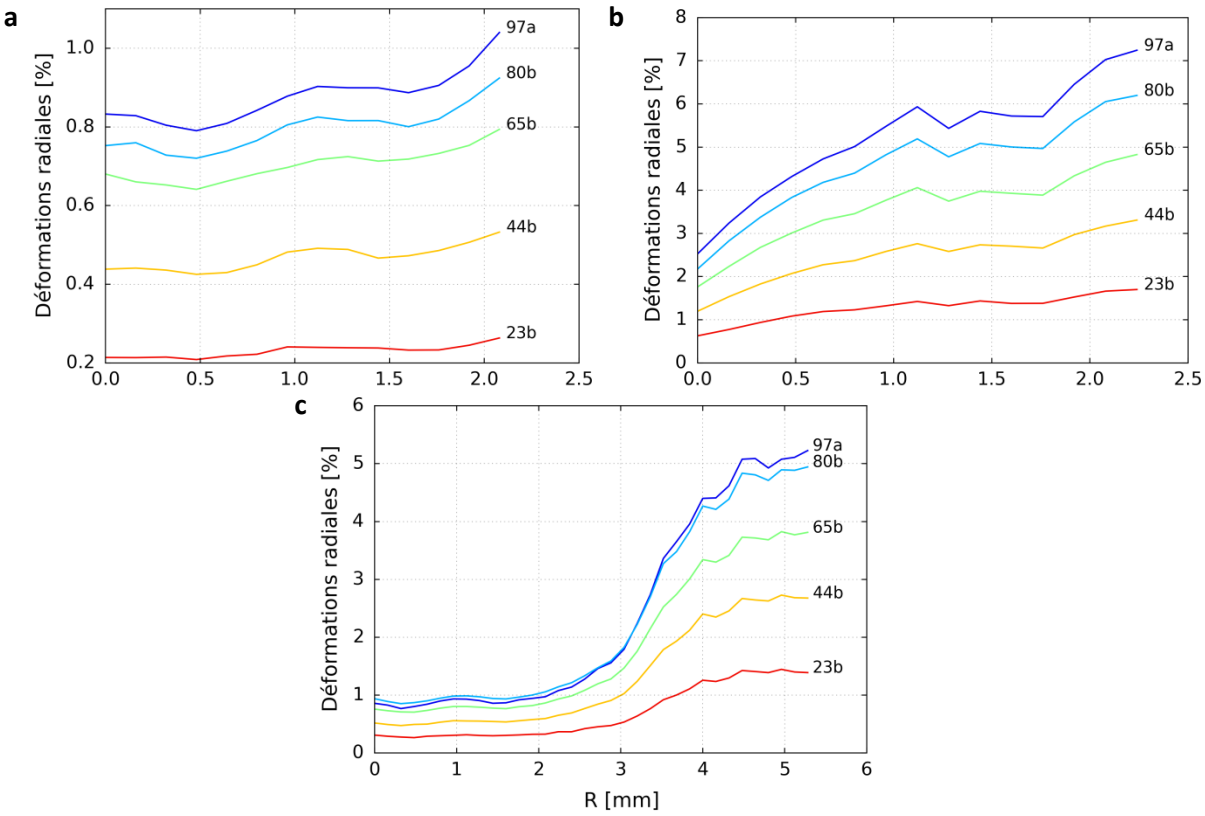


Figure C.1 – Profils radiaux des déformations radiales entre 2% HR et différentes humidités relatives en conditions de désorption.(a) Bois initial (BI2). (b) Bois final (BF2). (c) Cerne (C1).

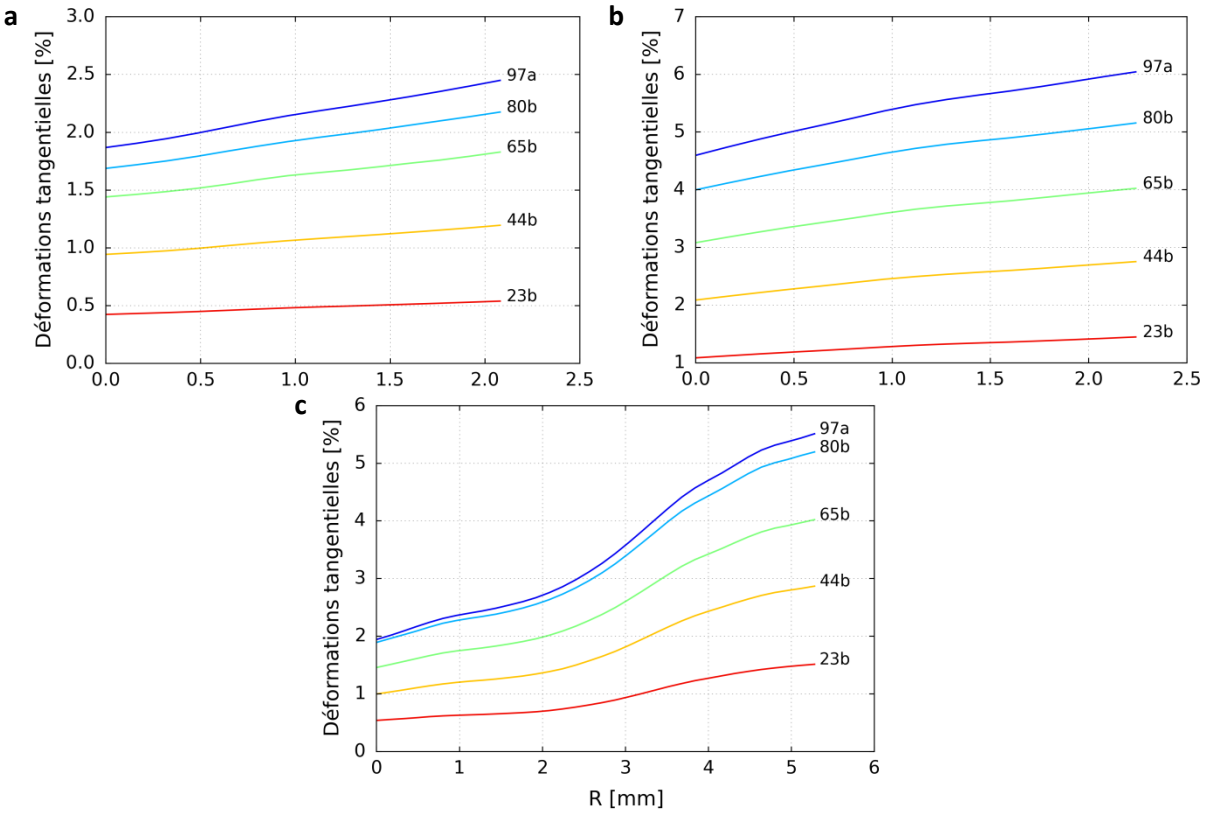


Figure C.2 – Profils radiaux des déformations tangentielles entre 2% HR et différentes humidités relatives en conditions de désorption. (a) Bois initial (BI2). (b) Bois final (BF2). (c) Cerne (C1).

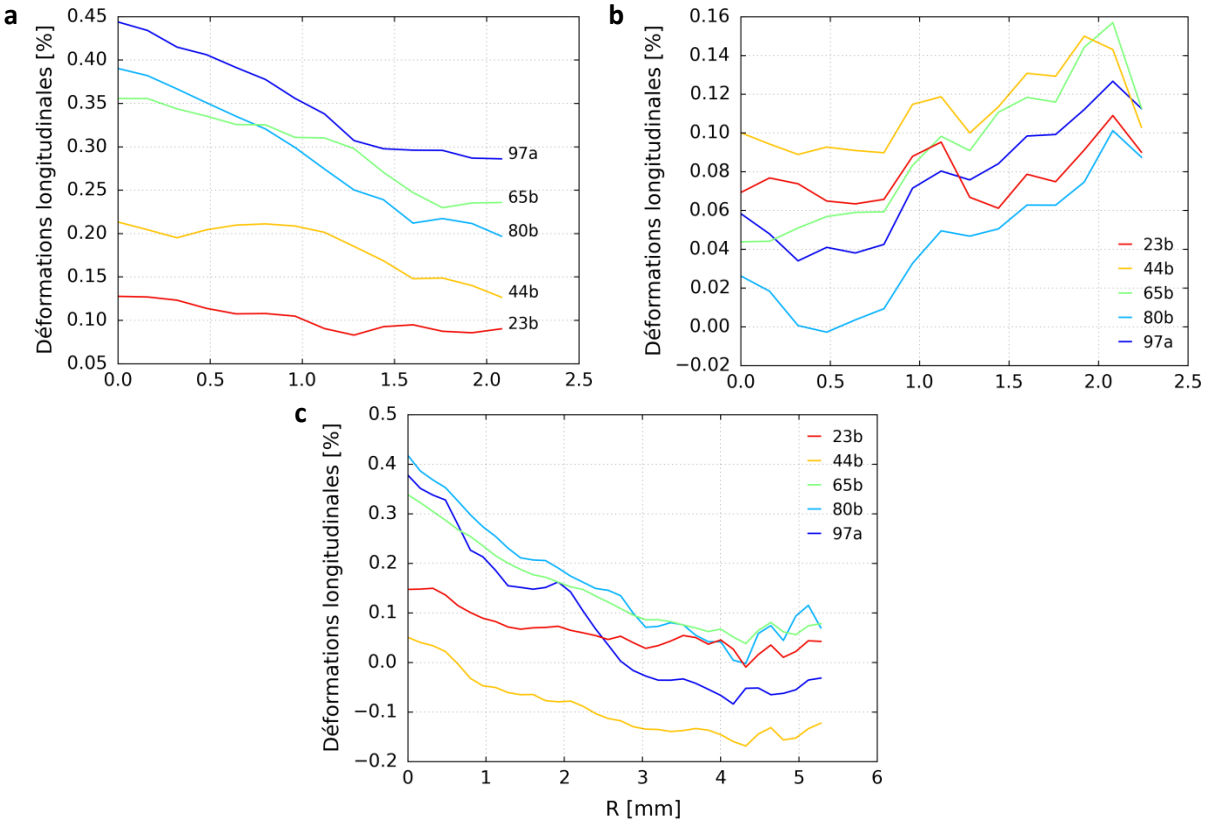


Figure C.3 – Profils radiaux des déformations longitudinales entre 2% HR et différentes humidités relatives en conditions de désorption. (a) Bois initial (BI2). (b) Bois final (BF2). (c) Cerne (C1).

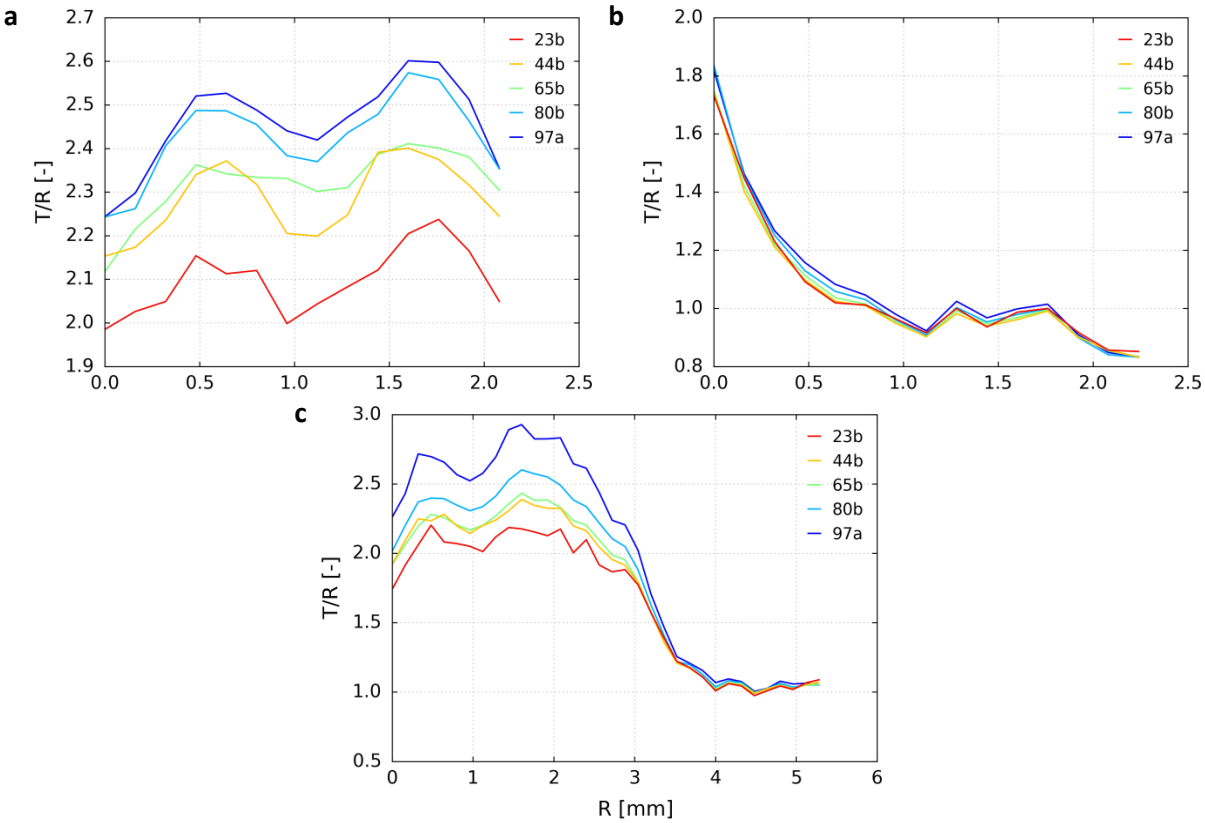


Figure C.4 – Profils radiaux du ratio T/R entre 2% HR et différentes humidités relatives en conditions de désorption. (a) Bois initial (BI2). (b) Bois final (BF2). (c) Cerne (C1).

Annexe D – Procédure pour l'étude de l'influence des rayons ligneux

Une analyse préliminaire pour mettre en évidence l'effet des rayons ligneux sur le comportement hygromécanique du bois a été effectuée mais n'a pas pu être finalisée. Des conclusions ne peuvent pas en être déduites mais il est proposé de présenter la démarche qui a été mise en place.

Cette étude a été effectuée entre 44 % HR (cycle a) et 80% HR (cycle a) sur l'échantillon BI2. La zone d'analyse restreinte à 380x100x300 voxels (R, T, L) a été analysée dans un premier temps. A noter aussi que cette étude avait été réalisée avant la mise en place de la méthode de tri des points de corrélation. La méthode actuelle de DVC devrait certainement donner des résultats moins bruités.

Mise en évidence des fluctuations des déformations tangentielles

Des DVC avec différents pas de la grille de référence (50, 20, 15 et 10 voxels), égal à la taille de fenêtre de corrélation, ont été réalisées pour mettre en évidence l'allure des hétérogénéités des déformations tangentielles. Lorsque la résolution des mesures de DVC diminue, les fluctuations des déformations tangentielles apparaissent sous la forme de bandes orientées radialement (Figure D.1). Comme discuté dans le Chapitre 6, cette répartition des déformations tangentielles rappelle la disposition des rayons ligneux. Ainsi, afin de voir si ces hétérogénéités peuvent être reliées à la présence des rayons ligneux, il est proposé de superposer les cartes de déformation à ces éléments de la microstructure. Une détection des rayons ligneux dans les images est donc nécessaire.

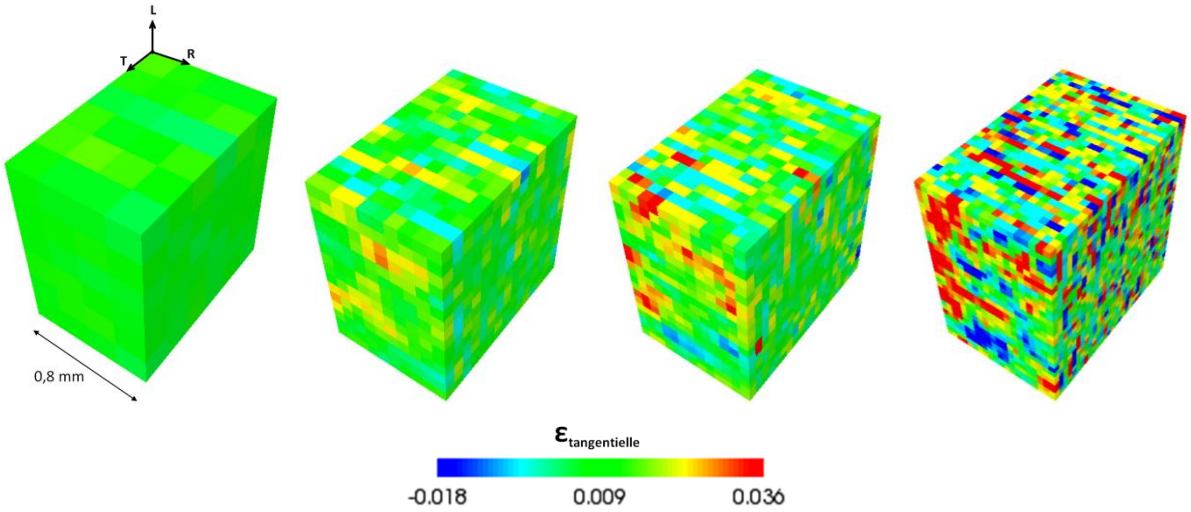


Figure D.1 – Champs des déformations tangentielles entre 44 et 80% HR du bois initial pour différents pas de la grille de référence, égal à la taille de fenêtre de corrélation.

Méthode de détection des rayons ligneux

Dans un premier temps, une méthode de détection des rayons ligneux dans les images de µTRX est développée. La structure du bois à cette échelle d'analyse présente une certaine périodicité, en particulier dans le plan transverse RT. Deux niveaux d'arrangements sont présents comme le montre la Figure D.2 : l'arrangement des trachéides caractérisé par une périodicité très fine, et l'arrangement des rayons ligneux qui forment des bandes orientées dans la direction radiale, donnant une certaine anisotropie du contraste de l'image.

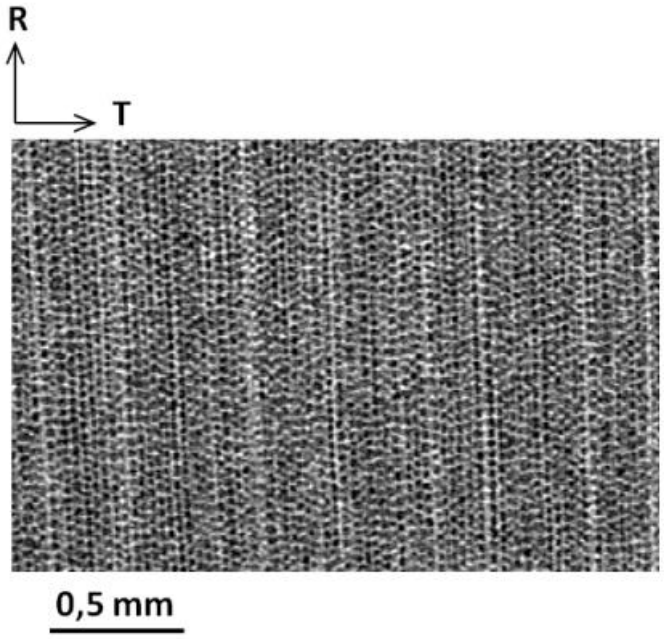


Figure D.2 – Image 2D de µTRX du plan transversal du bois initial équilibré à 44% HR.

La méthode de détection des rayons ligneux se base sur cet arrangement en utilisant la transformée de Fourier 2D du plan RT pour quantifier la périodicité de la structure. Dans le domaine de Fourier, on peut repérer les fréquences correspondant aux périodes des rayons ligneux. Un masque est alors appliqué afin de ne conserver que ces fréquences. La transformée de Fourier inverse est ensuite utilisée pour repasser dans le domaine de l'image initiale. Quelques résidus autres que les rayons ligneux demeurent dans cette image traitée, sur laquelle un seuillage classique est finalement appliqué pour ne conserver que le signal correspondant aux rayons ligneux. Cette procédure est illustrée dans la Figure D.3.

Cette étape est réitérée plan par plan. L'assemblage des images 2D obtenues permet d'avoir une image volumique de l'échantillon où seuls les rayons ligneux sont présents. Le résultat est montré dans la Figure D.4. Dans le plan RT, la cohérence de la position et du nombre de rayons ligneux est retrouvée. En 3D, la pertinence de cette méthode est aussi démontrée. La disposition 3D des rayons ligneux est très cohérente. On retrouve bien la forme de plages radiales dans le plan RL et l'association de plusieurs cellules dans la direction L.

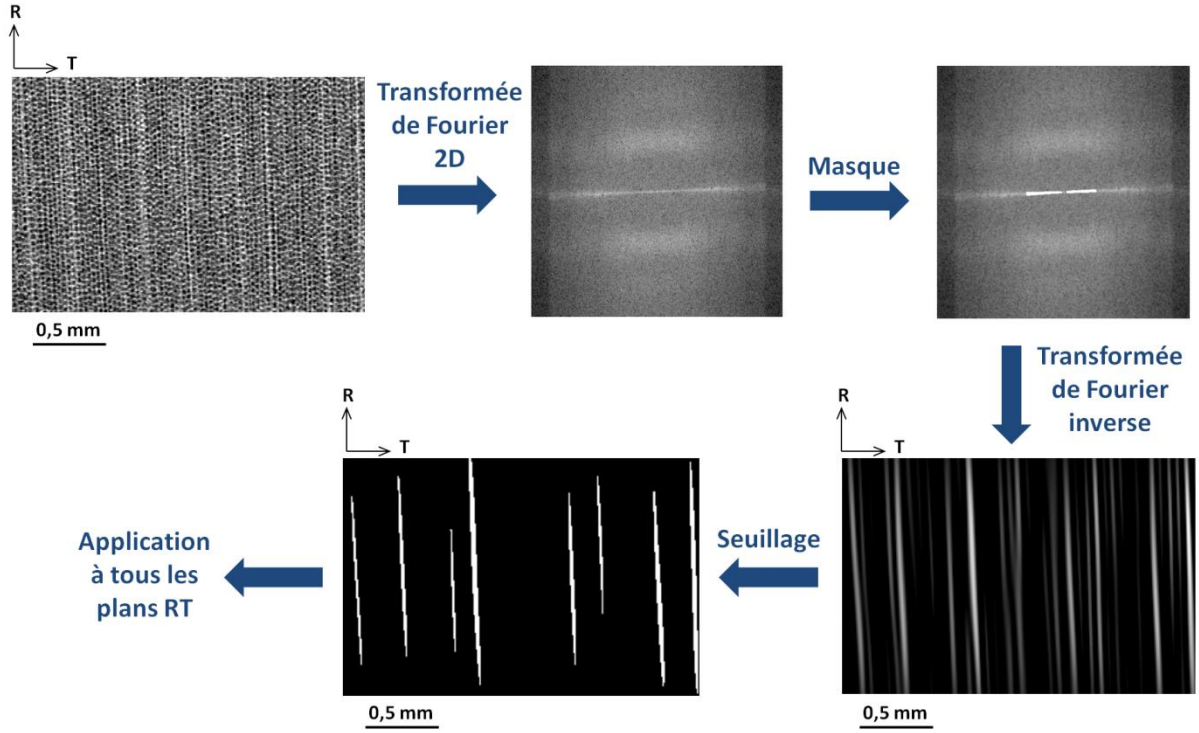


Figure D.3 – Procédure de traitement des plans RT des images de µTRX pour détecter les rayons ligneux.

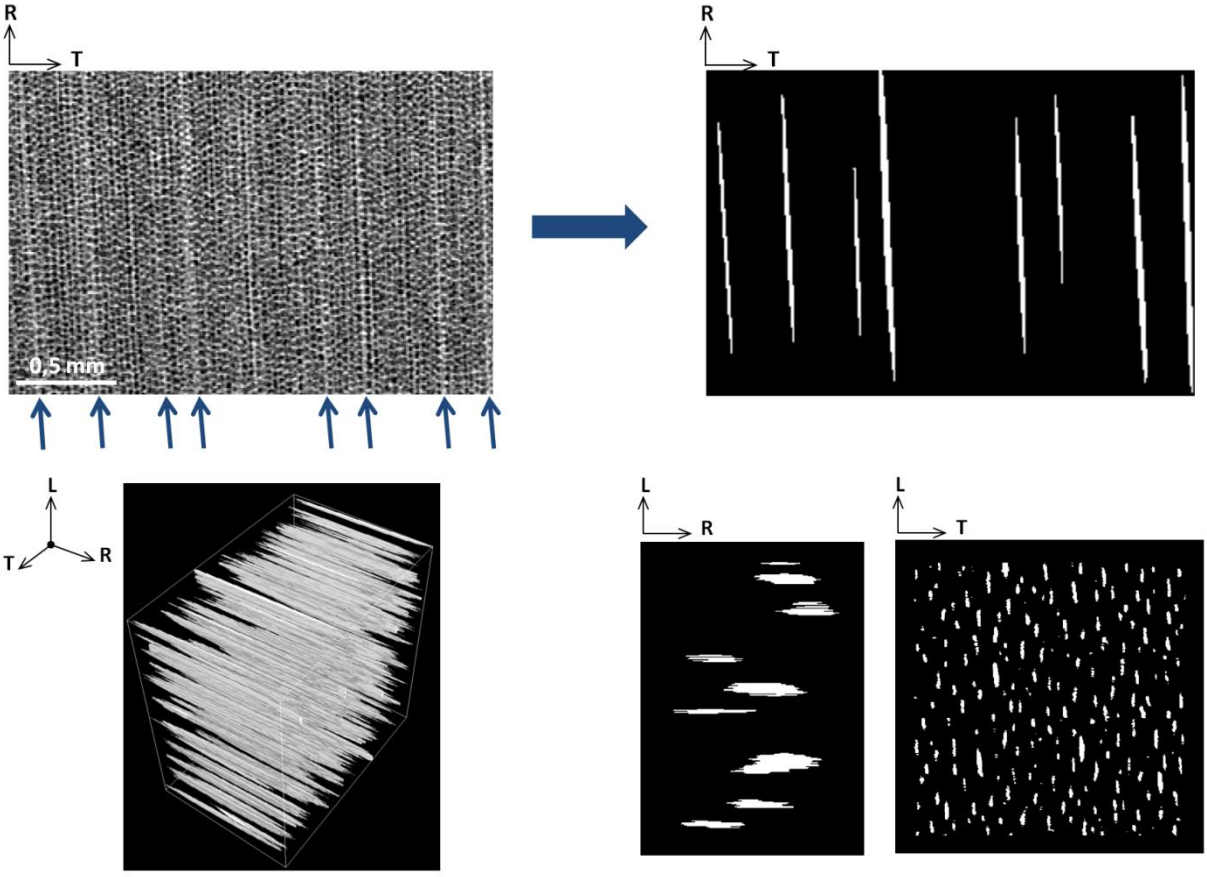


Figure D.4 – Illustration du résultat de la détection des rayons ligneux.

Superposition des rayons ligneux aux déformations tangentielles

Pour analyser la corrélation spatiale entre les rayons ligneux et les hétérogénéités du champ de déformations tangentielles, les images volumiques des rayons ligneux et des déformations tangentielles sont superposées (Figure D.5).

Ces résultats mettent en évidence que l'échelle des variations spatiales des fluctuations des déformations tangentielles est du même ordre de grandeur que l'espacement entre les rayons ligneux. Une cohérence spatiale entre ces deux paramètres semble ainsi être montrée, ce qui suggère que les rayons ligneux pourraient influencer le comportement hygromécanique du bois initial.

Cependant, une analyse plus quantitative est nécessaire pour vérifier cette hypothèse. Par ailleurs, l'utilisation de la méthode de tri mise en place dans le Chapitre 5 devrait permettre d'obtenir un champ de déformations tangentielles moins bruité et d'effectuer une analyse plus fine des hétérogénéités tangentielles, comme commencé dans le Chapitre 6. Les résultats en tant que tel ne peuvent donc pas aboutir à des conclusions quant à l'influence des rayons ligneux sur le comportement hygromécanique du bois. La poursuite de ce travail semble toutefois être une perspective très intéressante.

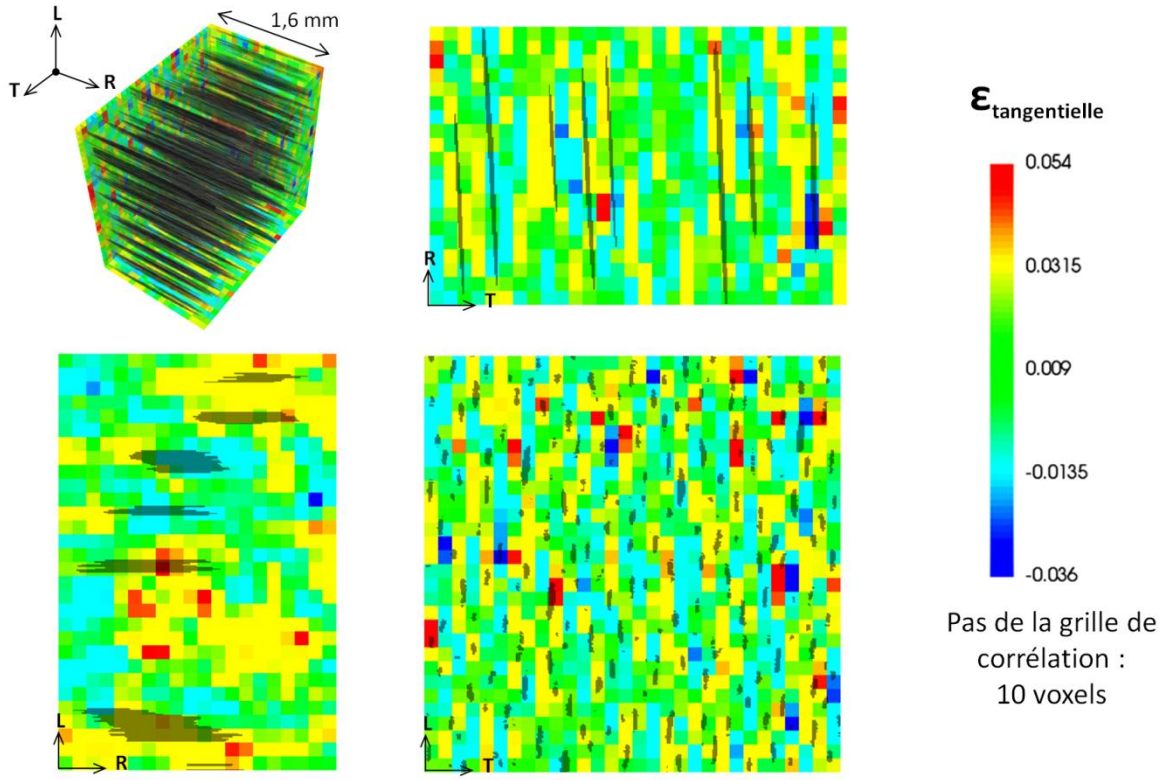


Figure D.5 – Superposition des rayons ligneux et du champ des déformations tangentielles.