

École polytechnique de Louvain

Densification viscoplastique du bois pour applications à performances structurales

Auteur: **Diego DE CROMBRUGGHE**

Promoteurs: **Thomas PARDOEN, Pascal JACQUES**

Lecteurs: **Marie-Stéphane COLLA, Pierre LATTEUR**

Année académique 2021–2022

Master [120] : ingénieur civil mécanicien

Résumé

Aujourd'hui en Belgique, le secteur forestier fait face à deux menaces principales pour sa pérennité; d'une part, les forêts belges sont de plus en plus constituées des mêmes essences denses ce qui diminue leur résilience et la biodiversité. D'autre part, des acteurs industriels asiatiques font concurrence aux artisans locaux et ces derniers sont de plus en plus privés d'approvisionnement en matières premières. Pour faire face à cela et dans l'optique de valoriser des essences de bois à faible densité encore peu utilisées, ce travail étudie l'influence de différents paramètres lors de l'étape de densification d'un traitement thermo-hygro-mécanique (THM) sur les propriétés mécaniques du bois.

L'objectif de ce travail de fin d'études est d'étudier l'influence de la température, du ratio de compression, de la vitesse de compression et de la durée de compression sur les propriétés mécaniques du peuplier commun. Durant le procédé de densification, les étapes de prétraitement et de post-traitement sont maintenues constantes. La densification en tant que tel est optimisée pour maximiser le module d'élasticité et la contrainte à rupture en flexion ainsi que la dureté du bois. L'analyse statistique est utilisée pour cela et permet de prédire les propriétés mécaniques du peuplier suite à des conditions de densification qui n'ont pas été expérimentées.

Grâce à cela, un traitement optimal sur l'intervalle des variables définies a été calculé. Celui-ci est obtenu lorsque le bois est densifié d'un ratio de compression de 60.2 % à 140 °C à une vitesse de 4 mm/min pendant 1800 s. Après densification, le module d'élasticité augmente de 132 % pour atteindre 24 GPa, la contrainte à rupture vaut 169 MPa (+ 92 %) et la dureté a quintuplé et vaut 21.4 MPa. Le travail a aussi pu mettre en évidence l'influence et l'interaction entre certaines variables. Enfin, le module d'élasticité et à rupture évoluent proportionnellement à la masse volumique du bois tandis que la dureté est plutôt proportionnelle au carré de celle-ci.

Abstract

Today in Belgium, the forestry sector is facing two main threats to its sustainability ; on the one hand, Belgian forests are increasingly made up of the same dense species, which reduces their resilience and biodiversity. On the other hand, Asian industrial actors are competing with local craftsmen and the latter are more and more deprived of raw material supplies. In order to overcome this problem and to valorize low density wood species, this thesis studies the influence of different parameters during the densification stage of a thermo-hygro-mechanical treatment (THM) on the mechanical properties of wood.

The objective of this thesis is to study the influence of temperature, compression ratio, compression speed and compression time on the mechanical properties of common poplar. During the densification process, the pre-treatment and post-treatment steps are kept constant. The densification itself is optimized to maximize the modulus of elasticity and flexural strength as well as the hardness of the wood. Statistical analysis is used to predict the mechanical properties of poplar under untested densification conditions.

As a result, an optimal treatment over the range of defined variables was calculated. This is obtained when the wood is densified with a compression ratio of 60.2 % to 140 °C at a speed of 4 mm/min for 1800 s. After densification, the modulus of elasticity increases by 132 % to reach 24 GPa, the flexural strength is 169 MPa (+ 92 %) and the hardness has increased fivefold to 21.4 MPa. The work was also able to highlight the influence and interaction between certain variables. Finally, the modulus of elasticity and the modulus of rupture evolve proportionally to the density of the wood while the hardness is rather proportional to the square of the latter.

Remerciements

En premier lieu, je voudrais remercier mes promoteurs Thomas Pardoën et Pascal Jacques d'avoir proposé ce sujet qui m'aura motivé tout au long de cette année. Je tiens à remercier en particulier Marie-Stéphane Colla qui m'aura accompagné de manière hebdomadaire pour m'encadrer, répondre à mes questions et me motiver avec toujours beaucoup de disponibilité et de gentillesse. Merci également à Sophie Ryelandt pour sa relecture et le temps qu'elle m'aura consacré cette année ainsi qu'à Pierre Latteur pour avoir accepté d'être présent dans mon jury.

Un tout grand merci à l'Office Économique Wallon du Bois (OEWB) et en particulier à François Deneufbourg et Emmanuel Defays pour leur soutien dans ce travail et d'en avoir fourni la matière première.

Mille mercis également à toutes les personnes qui m'ont aidé pour les différentes expériences réalisées ou l'interprétation des résultats. Merci à Vincent Forzee pour la confection des échantillons et à Quentin Mestrez pour son aide et la préparation des machines d'essai au LEMSC. Merci à Mathieu Lezaack pour son expertise de la micro-dureté et à Pascal Van Velthem pour les analyses thermiques et ses relectures précieuses. Un tout grand merci à Catherine Rasse pour tout le temps qu'elle m'a consacré pour la réalisation et l'interprétation de l'analyse statistique.

Enfin, je voudrais terminer par remercier mes parents qui ont toujours cru en moi et m'ont soutenu durant toutes mes études et mes choix ainsi que pour leur relecture. Merci également à Louison de m'avoir écouté parler de ce travail pendant de longues heures. Merci enfin à tous mes amis et amies rencontrés à l'école, durant mes études, aux scouts ou au Kap Expe qui ont contribué à faire de ces dernières années les plus belles de ma vie.

Table des matières

Résumé	2
Abstract	3
Remerciements	4
Introduction	12
1 État de l’art	14
1.1 Structure et anatomie du bois	14
1.1.1 Structure macroscopique	14
1.1.2 Structure microscopique et composition	16
1.1.3 Découpe du bois	19
1.2 L’eau dans le bois	20
1.2.1 Formes d’eau dans le bois	20
1.2.2 Diffusion de l’eau dans la structure du bois	22
1.3 Caractéristiques et propriétés du peuplier brut	23
1.4 Techniques de densification du bois	25
1.5 Densification Thermo-Hygro-Mécanique	26
1.5.1 Prétraitement	27
1.5.2 Densification par compression	29
1.5.3 Post-traitement	30
1.5.4 Procédés de densification THM dans la littérature	31
2 Matériel et méthodes d’expériences	35
2.1 Bois utilisé	35
2.2 Essais mécaniques et normes	36
2.2.1 Densité	36
2.2.2 Essais de traction	37
2.2.3 Essais de compression	38

2.2.4	Essais de flexion	39
2.2.5	Essais de microdureté	40
2.3	Détermination de la perte de masse et de la température de transition vitreuse	43
2.3.1	Analyse thermogravimétrique en poids (TGA)	43
2.3.2	Calorimétrie différentielle à balayage (DSC)	43
2.3.3	Analyse mécanique dynamique (DMA)	44
2.4	Procédé de densification	45
2.5	Analyse statistique	45
2.6	Retour de forme	48
3	Résultats et Discussion	49
3.1	Caractérisation du bois brut	49
3.1.1	Propriétés mécaniques	49
3.1.2	Analyse thermique	55
3.2	Prétraitement	60
3.3	Post-traitement	62
3.4	Retour de forme	63
3.5	Densification	65
3.5.1	Module d'élasticité	66
3.5.2	Contrainte à rupture	68
3.5.3	Dureté moyenne	70
3.5.4	Dureté maximale	70
3.5.5	Optimisation du procédé de densification	71
3.5.6	Synthèse et discussion	73
4	Pistes de continuation du travail	78
5	Conclusion	82
	Annexes	84

Table des figures

1.1	Schéma de la structure macroscopique d'un tronc d'arbre [3].	15
1.2	Plan ligneux d'un angiosperme (feuillu) et d'un gymnosperme (résineux) [41].	16
1.3	Principaux composants du bois [34]	18
1.4	Dégradation thermique des principaux composants du bois [61].	18
1.5	Directions et plans principaux du bois [30].	19
1.6	Différents modes de débits de grumes [27].	20
1.7	Structure du débit en plot [9].	20
1.8	Équilibre hygrométrique en fonction de l'humidité relative de l'air et de la température ambiante [10].	21
1.9	Évolution de l'humidité dans le bois.	21
1.10	Comportement du bois en fonction du type et de la direction de sollicitation [4].	25
1.11	Évolution de la température et de la contrainte imposée lors des différentes étapes de la densification TM.	27
1.12	Évolution de la température de transition vitreuse des différents composants du bois isolés en fonction de leur teneur en humidité et de celle de la matrice hémicellulose-lignine en fonction de l'humidité relative [44].	28
1.13	Vue schématique de la courbe contrainte déformation de compression trans- verse pour le bois [39].	29
1.14	Micrographie au microscope d'un échantillon d'épicéa densifié à 5%. Les cellules de printemps (en dessous) sont totalement écrasées contrairement aux cellules d'été (au-dessus) [53].	30
2.1	Matière première utilisée pour le mémoire.	35
2.2	Éprouvette de traction	37
2.3	Compression axiale et flambement d'un échantillon.	38
2.4	Compression transverse (densification) d'un échantillon en étuve.	38
2.5	Photo et schéma du montage de l'essai flexion 4 points avec les principales grandeurs géométriques et la mesure de la flèche.	39

2.6	Rupture d'un échantillon de flexion.	40
2.7	Polisseuse <i>Metkon Forcipol 102</i>	42
2.8	Machine d'essai de dureté <i>Emcotest DuraScan 70 G5</i>	42
2.9	Pointe Vickers et mesure de l'empreinte laissée dans le matériau indenté [28].	42
3.1	Courbe contrainte-déformation pour un échantillon de traction.	50
3.2	Courbe contrainte-déformation pour différents échantillons de compression.	51
3.3	Échantillons soumis à une charge de compression axiale. Une bande de cisaillement est visible.	52
3.4	Courbe contrainte-déformation pour un échantillon densifié perpendiculairement aux fibres.	52
3.5	Courbe de force-déflexion pour les essais de flexion sur le bois brut.	53
3.6	Dureté longitudinale et transversale de différents échantillons de bois brut.	54
3.7	Vue microscopique des indents lors d'un essai de dureté longitudinal pour un échantillon de bois brut (gauche) et de bois densifié (droite).	55
3.8	TGA - Évolution du pourcentage de perte en poids en fonction de la température et du temps. La dérivée du signal TGA est également représentée en fonction de la température.	56
3.9	TGA - Évolution du pourcentage de perte en poids à 200 °C pendant 1h. .	57
3.10	DMA - Représentation du module de stockage et du facteur de perte $\tan(\delta)$ en fonction de la température.	58
3.11	DSC - Évolution du flux de chaleur de l'échantillon en fonction de la température. Essai effectué à p_{atm} en noir et à 20 bar en rouge.	59
3.12	Évolution de la densité normalisée en fonction du prétraitement lors des différentes étapes de densification.	60
3.13	Évolution de la masse d'un échantillon traité en enceinte climatique (95°C/98%HR) et sa modélisation par la seconde loi de Fick pour un coefficient de diffusion théorique et de 'fitting'.	61
3.14	Évolution de la masse de l'échantillon lors d'un post-traitement à 180 °C durant 120 min.	62
3.15	Évolution de l'épaisseur d'échantillons soumis à des conditions d'humidités cycliques. L'un est plongé dans l'eau et l'autre stocké en enceinte climatique à 40°C et 80%HR. L'épaisseur avant densification est de 20 mm.	63
3.16	Valeurs de module obtenues par rapport à celles prédites par le modèle. Chaque point correspond à une expérience réalisée et la bissectrice est le lieu des points pour lesquels la valeur prédite est égale à la valeur observée.	66
3.17	Profil d'interaction des différentes variables pour prédire la valeur du module d'élasticité ('High' = 'Ratio')	68

3.18	Surfaces de réponse représentant la contrainte en fonction de la durée et de la vitesse à gauche et du ratio de compression ('High') et de la température à droite.	69
3.19	Influence des conditions de densification sur les différentes réponses et sur la désirabilité pour la pondération 2-2-1.	72
3.20	Dureté longitudinale et transversale de différents échantillons de bois densifié.	77
4.1	Évolution de la densité normalisée en fonction des étapes de densification pour des échantillons prétraités en enceinte climatique et par immersion dans l'eau bouillante. La densification est obtenue par laminage du bois.	79
4.2	Exemple de banc de laminage simplifié basé sur les conditions de densification du traitement optimal (le schéma n'est pas à l'échelle).	81
5.1	Courbe contrainte-déformation pour un échantillon de traction.	84
5.2	Courbes contrainte-déformation d'échantillons de compression de bois brut.	85
5.3	Évolution de la masse d'un second échantillon prétraité en enceinte climatique (95°C/98%HR) et sa modélisation par la seconde loi de Fick pour un coefficient de diffusion théorique et de 'fitting'.	86
5.4	Évolution de la masse d'un échantillon prétraité à l'eau bouillante. La modélisation par la seconde loi de Fick ne correspond pas aux résultats mesurés.	86
5.5	Valeurs de contrainte obtenues par rapport à celles prédites par le modèle.	87
5.6	Valeurs de dureté obtenues par rapport à celles prédites par le modèle.	87
5.7	Surfaces de réponse représentant la contrainte en fonction de la température et de la vitesse à gauche et du ratio de compression ('High') et de la durée à droite.	88
5.8	Profil d'interaction des différentes variables pour prédire la valeur de la contrainte de rupture	88
5.9	Profil d'interaction des différentes variables pour prédire la valeur de la dureté moyenne	89

Liste des tableaux

1.1	Propriétés mécaniques du peuplier aux conditions ambiantes (12% HR) [2][21].	24
2.1	Code et niveau pour chaque variable	46
2.2	Tableau reprenant les différents effets linéaires, quadratiques et d'interaction	47
3.1	Synthèse des réponses E_f , σ_f , H_{moy} et H_{max} pour les différents échantillons en fonction de leurs conditions de densification ($T - R - V - D$).	65
3.2	Ensemble des coefficients β et des p-valeurs associées à chaque terme du modèle de prédiction du module.	67
3.3	Ensemble des coefficients β et des p-valeurs associées à chaque terme du modèle de prédiction de la contrainte.	69
3.4	Ensemble des coefficients β et des p-valeurs associées à chaque terme du modèle de prédiction de la dureté moyenne.	70
3.5	Réponses de l'analyse d'optimisation en fonction de trois pondérations différentes des fonctions de désirabilité.	71
3.6	Réponses spécifiques et masse volumique pour tous les échantillons densifiés ainsi que leur valeur initiale avant densification.	74
3.7	Mise en évidence de l'évolution de la dureté avec le carré de la densité avec différentes essences de feuillus [23].	76
3.8	Évolution de la variabilité des propriétés mécaniques entre le bois brut et densifié.	77

Introduction

Le bois est un matériau utilisé depuis des centaines d'années par l'être humain pour des applications en construction, pour la fabrication de papier ou de meubles, pour le chauffage... Ses utilisations sont nombreuses et c'est une ressource abondante et durable. De plus, le bois est extrêmement facile à usiner ce qui en fait de nos jours le deuxième matériau le plus utilisé en construction derrière le béton. Tout cela a mené à une exploitation intensive du bois qui ne cesse d'augmenter de nos jours. Ces vingt dernières années, la superficie des forêts productives a augmenté de 3 % et la productivité des parcelles d'exploitation est en croissance continue depuis plus d'un siècle également [47].

Malheureusement, on observe en Belgique l'augmentation des monocultures qui privilégient les essences denses, économiquement plus profitables à l'industrie. En Wallonie, 76 % des feuillus exploités sont des bois de haute densité (chêne, frêne, hêtre, bouleau...) tandis que le peuplier, qui est l'essence étudiée dans ce travail, ne couvre que 2.5 % de la surface des forêts exploitables [1]. Or on sait depuis des années que ce type d'exploitation diminue la biodiversité présente dans nos forêts et leur résilience. C'est pourquoi il est primordial d'arrêter la culture intensive de certaines essences ciblées pour leurs propriétés et leur rentabilité en augmentant la diversité des espèces au sein des environnements forestiers. De ce constat découle la nécessité de concevoir un nouveau mode d'exploitation économique et écologique en valorisant les essences à faible densité. Ces essences sont actuellement utilisées pour des applications dans lesquelles les propriétés mécaniques n'ont pas d'intérêt majeur comme la chair à papier ou la confection d'allumettes. Un autre problème qui menace les acteurs du secteur forestier en Belgique est la présence d'industriels chinois qui achètent à prix d'or le bois produit en Wallonie. De nombreux artisans et en particulier les scieries sont privés d'approvisionnement faute de pouvoir rivaliser avec la concurrence asiatique. La valorisation d'essences locales qui ne sont pas ou peu utilisées actuellement pourrait constituer une partie de la solution en attendant une éventuelle réaction politique.

L'intérêt de ce travail est d'explorer une des voies possibles pour valoriser les essences à faible densité et plus particulièrement le peuplier commun. Afin d'augmenter ses propriétés mécaniques et le rendre éligible à des applications structurales, le bois est densifié lors d'un

traitement thermo-hygro-mécanique. Au cours de ce traitement, le bois va d'abord être prétraité en présence de chaleur et d'humidité pour atteindre la température de transition vitreuse de ses composants et le rendre apte à la densification. Ensuite, le bois est densifié par compression, perpendiculairement aux fibres, sous haute température. Quatre variables sont étudiées durant la densification (la température, le ratio de compression, la vitesse de compression et la durée de compression) pour observer leur influence sur les propriétés mécaniques du bois densifié. Une fois densifié, le bois est soumis à un post-traitement afin d'éviter le retour viscoélastique et est ensuite refroidi. L'étude approfondie de l'étape de densification va permettre de mettre en évidence les effets et les interactions entre les effets les plus significatifs sur les propriétés mécaniques du bois densifié. Les propriétés mécaniques étudiées sont le module d'élasticité en flexion, la contrainte de rupture en flexion ainsi que la dureté. L'analyse des résultats et l'optimisation du procédé se font à l'aide de l'analyse statistique et plus particulièrement la méthode des surfaces de réponses.

Dans un premier temps, la structure et l'anatomie du bois à l'échelle macro- et microscopique sont présentées ainsi que la relation entre l'eau et le bois. L'État de l'art se poursuit avec une revue des propriétés mécaniques du peuplier et de son utilisation ainsi que des différentes techniques de densification du bois. Enfin, le procédé de densification thermo-hygro-mécanique est détaillé au travers de ses différentes étapes et de ses applications lors des vingt dernières années. Le deuxième chapitre décrit le matériel utilisé ainsi que les différentes expériences menées pour mesurer les propriétés mécaniques et thermo-mécaniques du bois. Les résultats de caractérisation du bois brut sont ensuite présentés dans le troisième chapitre ainsi que ceux du pré- et post-traitement. Enfin, l'analyse de la densification et son optimisation concluent ce travail avec un questionnement sur les perspectives de ce sujet.

Chapitre 1

État de l’art

Pour comprendre et analyser les résultats obtenus dans ce travail, il est essentiel de les mettre en perspective avec les travaux et écrits portant sur le même sujet. Dans cette section est donc présentée une revue de l’anatomie et la structure à la fois macro- et microscopique du bois ainsi que de sa découpe. Ensuite le lien très important entre le bois et l’eau est abordé avant de faire état des différentes techniques de densification existantes avec une attention toute particulière sur la densification thermomécanique qui est le cœur de ce mémoire.

1.1 Structure et anatomie du bois

Le bois est un matériau organique multi-échelle anisotrope avec des propriétés très variables en fonction de l’essence ou de l’échelle considérée. Le lieu, la durée et les conditions dans lesquelles le bois s’est développé sont tant d’autres critères pouvant influencer les propriétés et le comportement de celui-ci. C’est pourquoi il est important de connaître la structure du bois tant à l’échelle macro- qu’à l’échelle microscopique pour caractériser et comprendre sa densification.

1.1.1 Structure macroscopique

Le tronc dont est extrait le bois de construction remplit plusieurs fonctions durant la vie de l’arbre [5] :

- ❑ Il a un rôle mécanique pour maintenir l’arbre en position verticale et supporter les différentes charges mécaniques (poids de l’arbre, de la neige et force du vent).

- ❑ Il a un rôle physiologique pour assurer la circulation de la sève des racines aux feuilles et de stockage pour maintenir à disposition de l'arbre des nutriments en cas de besoin.

Pour cela, le tronc est composé en plusieurs parties, chacune ayant des fonctions bien définies :

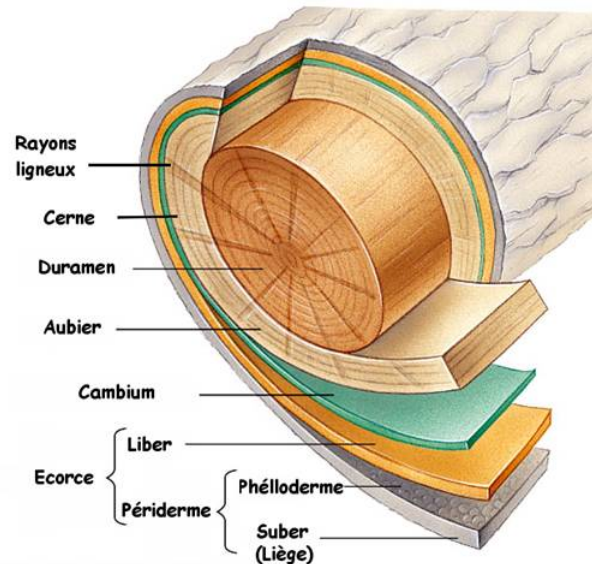


FIGURE 1.1 – Schéma de la structure macroscopique d'un tronc d'arbre [3].

- ❑ L'écorce extérieure sert à protéger le tronc de l'extérieur (intempéries, parasites...)
- ❑ Le liber transporte la sève "élaborée" des feuilles aux racines. Cette sève est composée d'eau et des sucres synthétisés par photosynthèse.
- ❑ Le cambium est responsable de la croissance radiale du tronc. Cette croissance se fait de manière saisonnière dans les climats tempérés et de manière plus régulière dans les climats tropicaux.
- ❑ L'aubier transporte la sève brute des racines aux feuilles. Cette sève est composée d'eau et des minéraux nécessaires à la croissance de l'arbre prélevés dans le sol par les racines.
- ❑ Le duramen aussi appelé "bois de cœur" est composé de bois dur, sec et imputrescible et ne comporte plus de cellules vivantes. Il assure en grande partie la fonction mécanique du tronc et est la partie la plus utilisée pour le bois de construction.

Dans nos contrées, la croissance apicale (en hauteur) et radiale (dans le sens du diamètre) se font de manière saisonnière et sont visibles par une accumulation de cernes. Au début du printemps, la croissance de l'arbre s'intensifie avec un développement important du cambium. Le bois de printemps est assez clair, tendre et parsemé de vaisseaux qui assurent la circulation de la sève le long du tronc. Durant l'été et à l'approche de l'automne, cette

croissance ralentit et l'on peut observer des cernes plus sombres et compacts [13].

Certaines espèces ont tendance à avoir des différences très marquées entre le bois de printemps et d'été comme le chêne, le châtaigner ou le pin. Ces derniers sont nommés "bois hétérogènes" tandis que des bois comme le peuplier ou le hêtre sont nommés "bois homogènes", cette différence étant moins visible.

1.1.2 Structure microscopique et composition

La structure microscopique du bois est légèrement différente entre les feuillus et les résineux et peut expliquer la différence entre certaines de leurs propriétés.

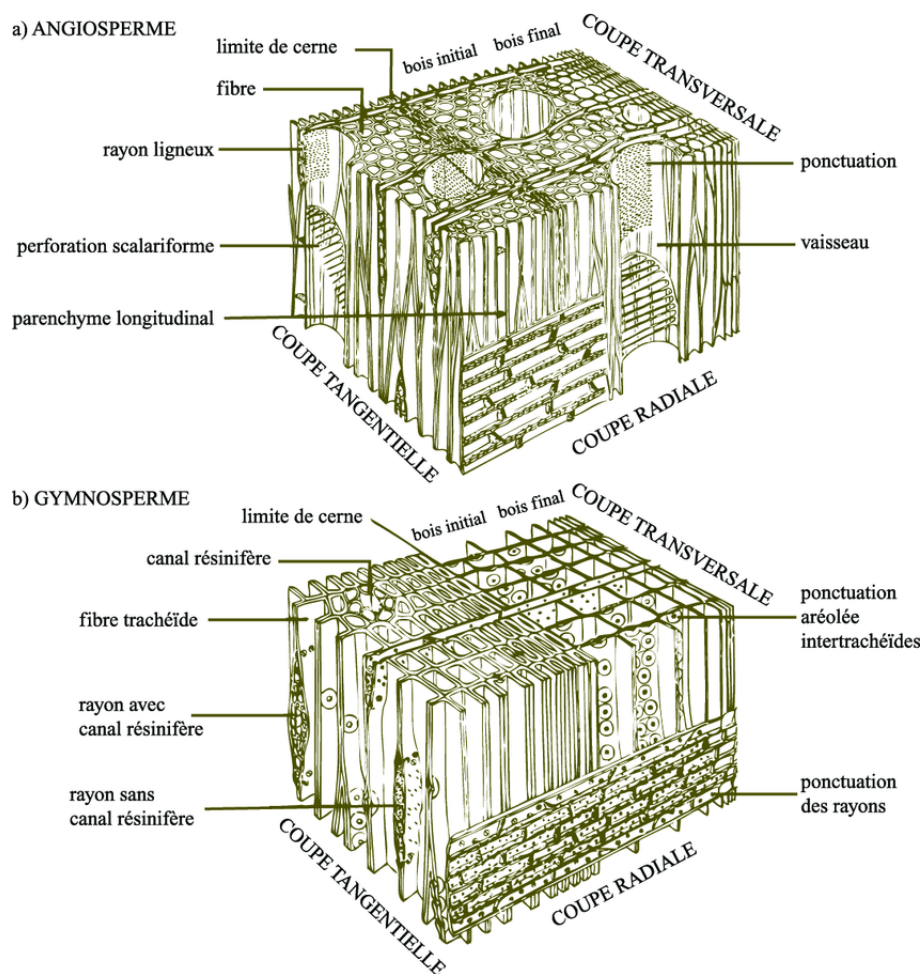


FIGURE 1.2 – Plan ligneux d'un angiosperme (feuillu) et d'un gymnosperme (résineux) [41].

Les feuillus (angiospermes) découpent les rôles de transport et de support qui sont assurés respectivement par des vaisseaux conducteurs et des fibres (voir Figure 1.2). Les vaisseaux ont un diamètre généralement bien supérieur aux fibres qui ne participent pas du tout au

phénomène de conduction de la sève. D'autres vaisseaux, les parenchymes longitudinaux, parcourent la structure dans le sens radial et servent au stockage et à la distribution de ressources nutritives [52].

Pour les bois résineux (également appelés gymnospermes), les fibres trachéides assurent les fonctions de transport de la sève et de support mécanique. Cela se traduit dans la microstructure par une organisation très géométrique de ces fibres qui communiquent entre elles par des canaux appelés ponctuations aréolées. Pour les deux familles d'arbres, on retrouve également les rayons, qui bien que plus complexes dans le cas des feuillus, sont responsables du transport radial de la sève [62]. Toutes ces structures sont visibles pour les deux familles de bois à la Figure 1.2.

Chimiquement, le bois est composé de carbone, d'oxygène, d'hydrogène et d'azote. Ces éléments forment des biopolymères qui sont les principaux constituants des tissus végétaux formant le bois. On retrouve donc *la cellulose* (50%), *l'hémicellulose* (20 – 30%) et *la lignine* (15 – 25%) ainsi que quelques pourcents d'autres substances organiques nommées *extractibles* [31]. Comme on peut le voir sur la représentation schématique de la Figure 1.3, ces polymères sont tous liés entre eux et confèrent par ces interactions ses propriétés physiques au bois.

La cellulose est le constituant majeur de la biomasse et, par conséquent, la matière organique la plus abondante sur terre. C'est un polymère linéaire composé uniquement de glucose avec un degré de polymérisation très variable (entre 1000 et 30 000) et dont les chaînes peuvent s'assembler entre elles afin de former des structures plus rigides appelées microfibrilles [7]. Ces microfibrilles ont une structure essentiellement cristalline. La cellulose est responsable de la résistance mécanique du bois. Les nombreuses liaisons hydrogènes de la cellulose augmentent sa température de fusion et la rendent peu réactive et peu soluble dans l'eau [24].

Les hémicelluloses sont des polymères plus courts (degré de polymérisation entre 150 et 200) avec une structure nettement plus amorphe que la cellulose. Elles sont fortement hygroscopiques et sensibles à la dégradation thermique [31]. Par abus de langage, l'hémicellulose sera référencée au singulier, mais il existe bien différents types de polymères. L'hémicellulose participe au renforcement des parois cellulaires et va interagir avec la cellulose et la lignine pour assurer la *réticulation* (liaison entre chaînes de polymères modifiant la masse moléculaire et les propriétés) des microfibrilles [12].

La lignine est présente dans les espaces entre les microfibrilles et l'hémicellulose dans les parois cellulaires. Elle confère de bonnes propriétés mécaniques à la structure du bois

ainsi qu'une certaine résistance à la pourriture. La lignine est hydrophobe contrairement aux autres composants du bois, ce qui lui permet d'augmenter l'étanchéité des vaisseaux conducteurs et d'améliorer la circulation de la sève [15].

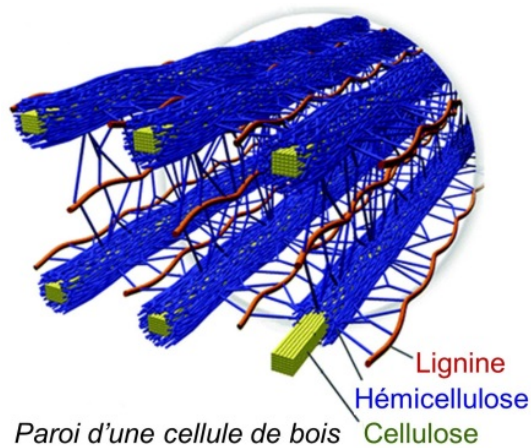


FIGURE 1.3 – Principaux composants du bois [34]

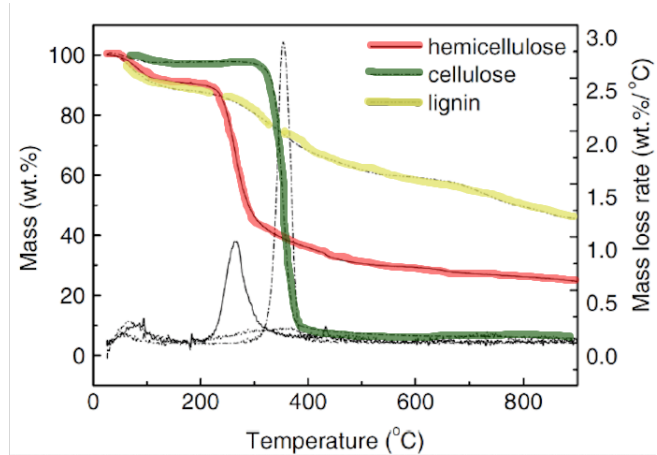


FIGURE 1.4 – Dégradation thermique des principaux composants du bois [61].

L'augmentation de la température va fortement affecter le comportement des composants du bois et donc altérer ses propriétés physiques. Au-delà d'une certaine température nommée "température de transition vitreuse" (T_g), le polymère passe d'un état fragile et cassant à un état plus souple, capable de se déformer élastiquement et surtout plastiquement sans rupture [20]. Cette température est souvent régie par celle de la lignine pour le bois et dépend beaucoup des conditions d'humidités ou encore de l'essence considérée [38].

En augmentant davantage la température, les biopolymères vont commencer à se dégrader et subir des transformations chimiques. Les hémicelluloses sont les plus sensibles à la dégradation thermique et commencent à se dégrader à partir de 120°C jusqu'à environ 330°C [32][36].

La dégradation de la lignine démarre aux alentours de 250°C avant de se stabiliser à 500°C tandis que la cellulose se dégrade très fortement à 355°C , rencontrant plutôt une variation de la cristallinité jusqu'à ces températures [24]. Les évolutions de la masse relative et du taux de perte de masse par degré pour les trois principaux composants du bois sont visibles à la Figure 1.4.

La pyrolyse, qui est définie comme *"la décomposition chimique d'un composé organique par une augmentation importante de sa température pour obtenir d'autres produits (gaz et matière) qu'il ne contenait pas"* [18], démarre aux alentours de 200°C . C'est la deuxième étape de transformation thermique après la déshydratation et a lieu en absence ou

environnement pauvre en oxygène. En cas d'oxydation avec de l'oxygène, il peut y avoir combustion spontanée et inflammation à partir de 300°C [24][37].

1.1.3 Découpe du bois

Pour être utilisé dans des applications industrielles ou par des particuliers, le bois doit être séché et découpé au préalable selon des normes bien établies. Il est également important, lorsque l'on parle du bois, de définir un repère à l'aide duquel on peut identifier les directions principales d'intérêt et les plans qui en découlent. Le bois étant fortement anisotrope, la direction de coupe va influencer les propriétés mécaniques du produit fini.

On distingue à la Figure 1.5, la direction axiale (ou longitudinale) qui est dans le sens des fibres et est la normale du plan transversal. La direction radiale est perpendiculaire aux fibres et forme le plan nommé "radial" également avec la direction axiale. Enfin, on définit le plan et la direction tangentielle qui est tangente aux cernes du bois.

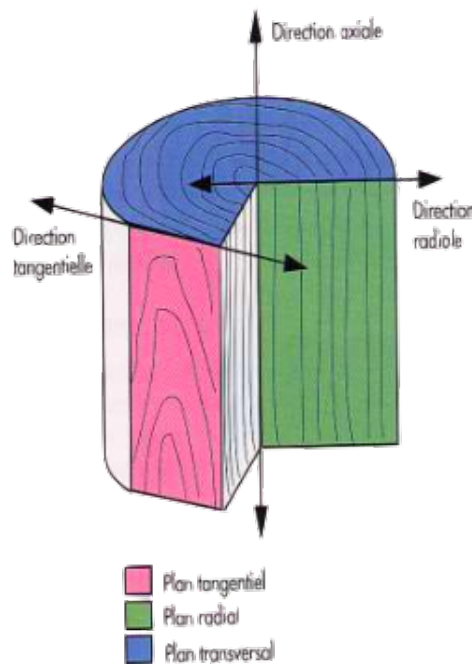


FIGURE 1.5 – Directions et plans principaux du bois [30].

Il existe énormément de façons de débiter un tronc d'arbre (qui une fois débarrassé de ses branches est nommé *grume*) comme on peut le voir à la Figure 1.6. Certaines applications nécessitent des découpes particulières, car elles ne présentent pas toutes la même qualité de produit, mais le débit le plus courant est le débit *en plot* dont la structure est détaillée à la Figure 1.7.

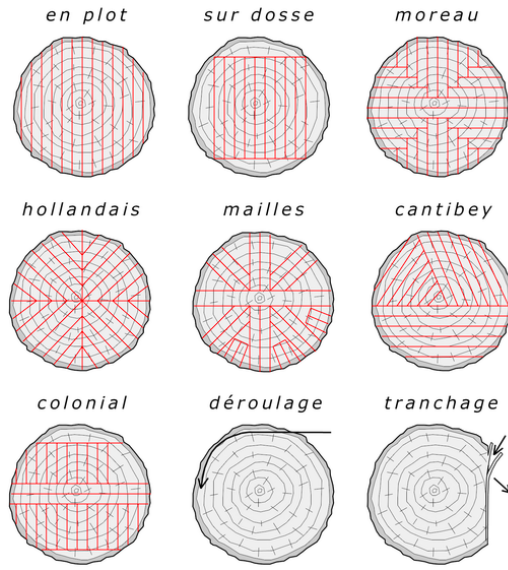


FIGURE 1.6 – Différents modes de débits de grumes [27].

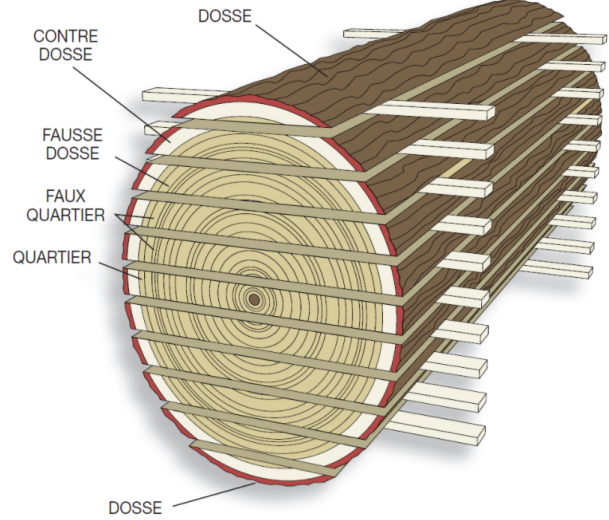


FIGURE 1.7 – Structure du débit en plot [9].

1.2 L'eau dans le bois

1.2.1 Formes d'eau dans le bois

Le bois est un matériau fortement hygroscopique, ce qui signifie qu'il a la capacité de retenir l'humidité de l'air par absorption ou adsorption et de la rejeter dans son environnement. En fonction des conditions ambiantes (température et humidité relative de l'air) le taux d'humidité du bois va s'ajuster pour atteindre l'équilibre hygrométrique associé à ces conditions (voir Figure 1.8).

Le contenu en eau du bois est une donnée extrêmement importante qui va affecter pratiquement toutes ses propriétés physiques. Il est donc essentiel de pouvoir le mesurer et le contrôler. En plus des tables et de la méthode graphique, on peut calculer le contenu en humidité à l'équilibre (EMC) via la formule suivante [40] :

$$EMC = \left(\frac{-\ln(1 - HR)}{4.5 \times 10^{-5}(T + 460)} \right)^{0.638} \quad (1.1)$$

où HR est l'humidité relative en décimales et T la température en Fahrenheit.

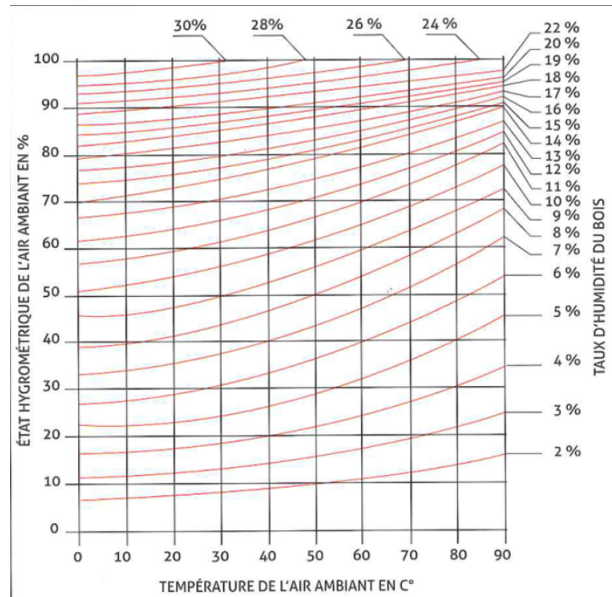


FIGURE 1.8 – Équilibre hygrométrique en fonction de l'humidité relative de l'air et de la température ambiante [10].

L'eau est présente sous différentes formes dans le bois :

- ❑ *L'eau libre*, aussi appelée *eau capillaire*, peut circuler par capillarité dans la structure du bois (cavités cellulaires ou intracellulaires) [63]
- ❑ *L'eau liée* est contenue à l'intérieur des cellules et des parois cellulaires du bois et est "liée" à la cellulose et l'hémicellulose par des liaisons hydrogènes [11].
- ❑ On retrouve également de l'eau sous forme de *vapeur d'eau* dans les lumens et les micro-pores des parois cellulaires [44].
- ❑ *L'eau de constitution* fait partie de la composition chimique des cellules et ne peut être évacuée du bois sans détruire les cellules et donc dégrader le bois.



FIGURE 1.9 – Évolution de l'humidité dans le bois.

Le bois vert présente un taux d'humidité entre 25 et 250% en fonction de l'essence, de la saison ou encore des parties de l'arbre considérées [44]. Une fois coupé, l'arbre ne peut plus réguler son humidité et ce taux va tendre vers un équilibre hygrométrique en fonction

des conditions ambiantes. Lors du séchage du bois, l'eau libre s'évapore en premier pour atteindre jusqu'à 30% d'humidité (avec de légères fluctuations en fonction de l'essence de bois) et un point appelé "point de saturation des fibres". Cette première phase de séchage se fait sans variation dimensionnelle, les fibres restant entièrement saturées en eau durant tout le processus. En dessous de ce niveau d'humidité, toute augmentation de la teneur en eau va provoquer un gonflement du bois tandis qu'une diminution supplémentaire mène à un retrait dimensionnel.

1.2.2 Diffusion de l'eau dans la structure du bois

Il y a donc continuellement des transferts d'eau dans le bois afin d'atteindre l'équilibre hygrométrique qui dépend des conditions ambiantes. Plongé dans l'eau ou soumis à une humidité importante, le bois va absorber l'eau alors que dans des conditions très arides et chaudes, il va y avoir désorption et séchage de celui-ci. Ces transferts incessants se font sous forme de diffusion de l'eau dans la structure du bois. Les cinétiques de l'absorption et de la désorption de l'eau peuvent être décrites par différents modèles théoriques ou empiriques plus ou moins complexes.

Pour modéliser ces phénomènes de diffusion, il est courant d'utiliser les lois de Fick. La première loi stipule que le flux est proportionnel au gradient de concentration qui agit comme force motrice pour la diffusion [45] :

$$J = -D\nabla\varphi \quad (1.2)$$

$$J = -D\frac{\partial\varphi}{\partial x} \quad (1D) \quad (1.3)$$

où J est le flux de diffusion [$n/m^2.s$], D le coefficient de diffusion [m^2/s] et φ la concentration (teneur) en eau.

La seconde loi de Fick est dérivée à l'aide de la première et de la conservation de la quantité de mouvement. Cette loi décrit la variation de la concentration due à la diffusion au cours du temps et s'écrit :

$$\frac{\partial\varphi}{\partial t} = D\nabla^2\varphi \quad (1.4)$$

$$\frac{\partial\varphi}{\partial t} = D\frac{\partial^2\varphi}{\partial x^2} \quad (1D) \quad (1.5)$$

Pour simplifier l'étude de la diffusion, plusieurs hypothèses sont effectuées. L'analyse est restreinte au cas à une dimension, le coefficient de diffusion est supposé constant et la diffusion est purement décrite par la seconde loi de Fick.

L'équation 1.5 est alors résoluble analytiquement par la méthode de séparation des variables et le résultat peut être exprimé en fonction du contenu en eau normalisé [26] :

$$E(t) = 4 \left(\frac{D t}{\pi e^2} \right)^{1/2} \quad (1.6)$$

$$E(t) = \frac{M(t) - M_0}{M_\infty - M_0} \quad (1.7)$$

où $E(t)$ et le contenu en eau normalisé [-], e l'épaisseur dans la direction de diffusion [mm], $M(t)$ la masse de l'échantillon au temps t [g], M_0 et M_∞ la masse de l'échantillon initiale et finale [g].

À l'aide de ces relations, il est possible de modéliser l'absorption d'eau dans un échantillon de bois au cours du temps en connaissant son coefficient de diffusion. Plusieurs modèles empiriques permettent de le calculer en considérant que l'évolution de la masse est proportionnelle à la racine carrée du temps $t^{1/2}$ [49][45] :

$$D = \pi \left(\frac{\alpha e}{4M_\infty} \right)^2 \quad (1.8)$$

où α [$kg/s^{1/2}$] est la pente à l'origine du graphe de $M(t)$ en fonction de $t^{1/2}$.

Pour la désorption, l'approche est identique en utilisant les relations suivantes [43] :

$$1 - E(t) = 4 \left(\frac{D t}{\pi e^2} \right)^{1/2} \quad (1.9)$$

$$E(t) = \frac{M_\infty - M(t)}{M_\infty - M_0} \quad (1.10)$$

1.3 Caractéristiques et propriétés du peuplier brut

Dans le cadre de ce travail, le bois utilisé est le peuplier commun. Le peuplier est un arbre tendre et à croissance rapide (jusqu'à 3 m par an [51]) des régions tempérées de l'hémisphère nord. De nombreuses variétés existent à travers le monde, atteignant des tailles entre 30 et 40 m et pouvant vivre jusqu'à 400 ans pour certaines espèces [16].

De nos jours, le peuplier est utilisé pour la fabrication de lattes de bois et de contreplaqué servant à des fins structurelles ou d'aménagement. Il est également très utilisé dans la confection d'allumettes ou d'emballages légers comme des cageots à fruits, à huîtres ou de pâte à papier. Pour toutes ces applications, la croissance très rapide du peuplier et ses faibles propriétés mécaniques sont des caractéristiques qui en font un bois très adapté.

Le peuplier a également été le premier arbre dont le génome a été entièrement séquencé de par la taille restreinte de son génome et sa croissance rapide qui permet d'observer les modifications génétiques sans trop attendre [16]. Enfin, le peuplier contribue, avec d'autres espèces peu denses et à croissance rapide, à augmenter la résilience (capacité d'un système vivant à retrouver ses capacités et fonctions d'origine après une perturbation [19]) des forêts. Le modèle actuel où les essences denses à fort potentiel économique sont surreprésentées diminue cette résilience, ce qui rend l'écosystème plus vulnérable aux attaques extérieures. La préservation de la forêt et de la biodiversité est grandement favorisée par la présence d'essences et d'espèces différentes, ce qui justifie l'étude du peuplier dans ce travail.

Propriétés mécaniques

Comme précisé ci-dessus, le peuplier est un bois peu dense et très tendre aux propriétés mécaniques assez faibles, le rendant généralement inapte à être utilisé en construction ou reprendre d'importantes charges structurales. C'est pourquoi cette essence est intéressante à étudier dans le cadre d'une étude sur la densification conduisant à l'amélioration de différentes propriétés mécaniques et biologiques.

Différentes propriétés intéressantes à connaître pour des applications à performances structurales sont tabulées ci-dessous pour le peuplier et ont été pour la plupart mesurées sur le bois utilisé dans le cadre de ce travail lors de la caractérisation de celui-ci (cfr. section 3.1).

Masse volumique	420-480 [kg/m^3]
Contrainte de rupture en flexion	54-76 [MPa]
Module d'élasticité en flexion	9-9.8 [GPa]
Contrainte de rupture en compression	29-37 [MPa]
Module d'élasticité en traction	8-9.5 [GPa]
Contrainte de rupture en traction	69-76 [MPa]
Dureté Brinell perpendiculaire aux fibres	12 [MPa]
Dureté Brinell parallèle aux fibres	29 [MPa]
Dureté Monnin	1.2 [mm^{-1}]

TABLE 1.1 – Propriétés mécaniques du peuplier aux conditions ambiantes (12% HR) [2][21].

Dû à son comportement anisotrope très marqué, les propriétés mécaniques du bois varient énormément en fonction de la direction considérée. Les propriétés listées ci-dessus sont mesurées dans le sens des fibres (sauf pour la dureté où la distinction est faite). Différents types de comportement en fonction de la sollicitation et de la direction sont représentés à la Figure 1.10. On y voit clairement que lors de la compression du bois perpendiculaire ou parallèle aux fibres, le bois ne réagit pas de la même manière. Le module de Young est également très dépendant de la direction de sollicitation.

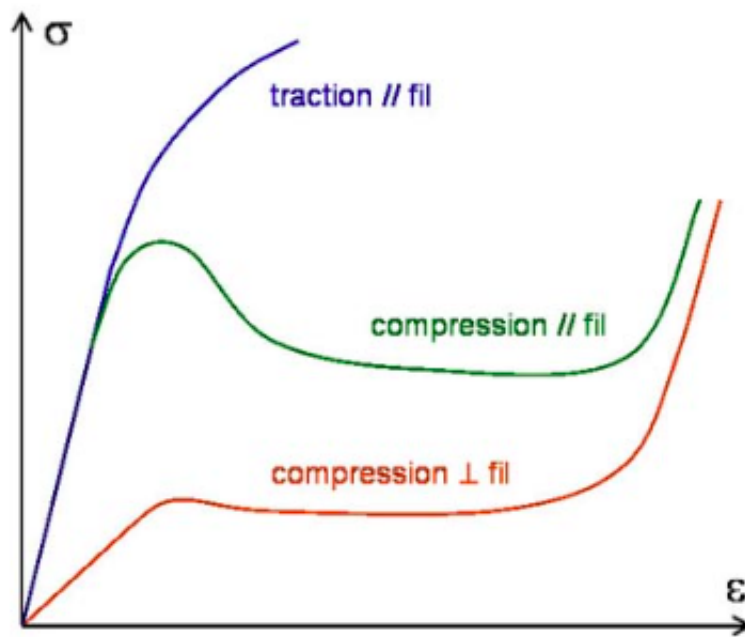


FIGURE 1.10 – Comportement du bois en fonction du type et de la direction de sollicitation [4].

1.4 Techniques de densification du bois

Les propriétés mécaniques du bois sont étroitement liées à sa densité. C'est donc tout naturellement que des chercheurs ont exploré différentes techniques de densification au cours des dernières décennies afin de renforcer les propriétés du bois. Parmi ces techniques, trois grandes catégories émergent [39] :

- ❑ Le remplissage des porosités du bois
- ❑ La modification de la structure chimique des composants du bois
- ❑ La compression du bois et diminution des porosités

Pour le premier type de technique, les porosités du bois sont remplies par des substances comme des polymères, des résines naturelles, voire du métal en fusion [31][46].

Dans le deuxième cas, la densification est assurée par une modification des composants du bois et la création de liaisons covalentes entre ceux-ci. On compte parmi ces techniques les traitements chimiques, thermiques ou enzymatiques [39].

La dernière technique implique la compression du bois et la fermeture des porosités. Au-delà de la compression du bois perpendiculairement aux fibres, on peut également citer le laminage du bois qui va impliquer des efforts de cisaillement en plus de la compression.

Enfin, des recherches plus récentes (2018) ont montré de belles perspectives en combinant la modification chimique de la structure du bois et la compression et atteignant une très bonne stabilité dimensionnelle avec un grand ratio de compression [55].

Les enjeux majeurs de la densification du bois sont l'augmentation des propriétés mécaniques ainsi que la stabilité dimensionnelle. Lorsqu'il est remis en contact avec de l'humidité, le bois a tendance à retrouver en partie sa forme initiale (jusqu'à 60% [29]) et diminuer les bénéfices apportés par le traitement de densification. Ceci est dû à l'adsorption des molécules d'eau par les sites sorption ou les groupes hydroxyles jusqu'à saturation des fibres, menant à un gonflement du bois [44]. De nombreux travaux ayant pour but de réduire au maximum le retour de forme ont été menés et plusieurs solutions existent comme la diminution des contraintes internes (pendant ou après le procédé) ou des traitements thermiques (cfr. section 3.5). Malheureusement, de bons résultats en stabilité dimensionnelle sont souvent obtenus au détriment des propriétés mécaniques. La majorité des procédés présentant un retour de forme quasiment nul voient les propriétés du bois densifié considérablement diminuer [58][35].

1.5 Densification Thermo-Hygro-Mécanique

Dans le cadre de ce mémoire, ce sont les techniques appelées densification thermo-hygro-mécanique (THM) et thermomécanique (TM) qui sont étudiées. Sans additifs chimiques, elles combinent l'action de la chaleur, de contrainte en compression et de la vapeur dans le premier cas, pour densifier le bois et garder le résultat de la compression sous forme d'une bonne stabilité dimensionnelle. Ces techniques sont étudiées depuis le début du 19ème siècle et connaissent un regain d'intérêt important ces dernières années, notamment au Japon et aux États-Unis, pour valoriser des bois ayant de plus faibles densités pour les applications structurales [31]. Au-delà de la simple densification, on l'utilise également pour imposer une forme finale au bois, que ce soit par flexion, torsion ou moulage [53].

Le procédé est généralement divisé en quatre grandes étapes, visibles à la Figure 1.11, remplissant chacune des fonctions différentes et essentielles :

1. Prétraitement
2. Densification par compression
3. Post-traitement
4. Refroidissement

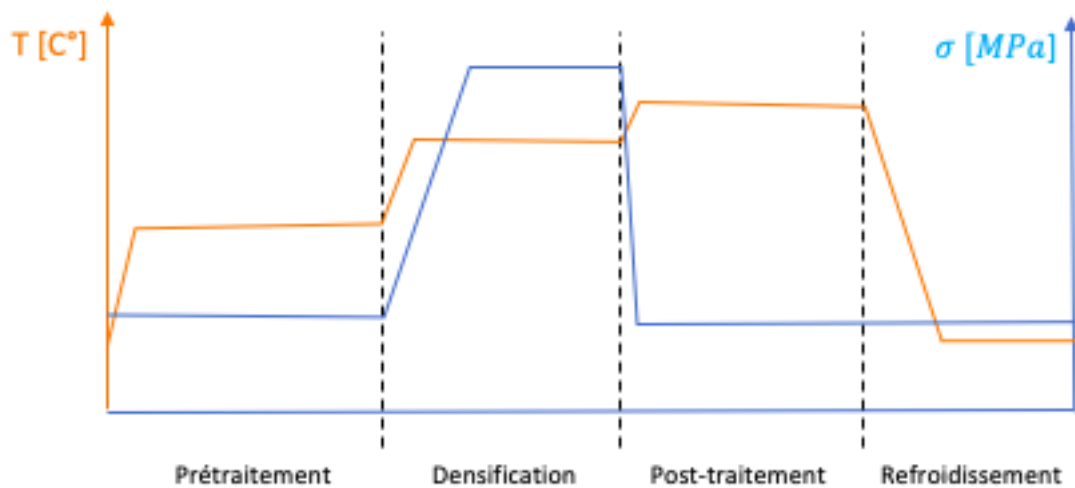


FIGURE 1.11 – Évolution de la température et de la contrainte imposée lors des différentes étapes de la densification TM.

1.5.1 Prétraitement

Durant le prétraitement, le bois est préparé pour la phase de densification en étant exposé à une augmentation de la température et une forte humidité. En tant que matériau et polymère viscoélastique, les propriétés mécaniques du bois vont fortement dépendre de la température, de l'humidité et du temps. En chauffant le bois, il est possible d'atteindre sa température de transition vitreuse T_g , ce qui mène à une réduction très importante de son module d'élasticité notamment (d'un facteur 3000-4000) [39]. Il est essentiel pour la densification d'atteindre cette température au préalable pour que le bois passe d'un état fragile à un état plus malléable où les déformations plastiques n'engendrent pas de ruptures immédiates. La température de transition vitreuse de la cellulose est de 230°C , de 205°C pour la lignine et de quasiment 170°C pour l'hémicellulose (dans le cas du bois aux conditions ambiantes) [53]. Ces températures peuvent cependant varier sur des plages de quelques dizaines de degrés en fonction des conditions d'expériences et de la pureté et provenance des matières premières utilisées. Il faut également prendre en compte que ces

composants sont liés entre eux au sein de la structure du bois et que cela altère légèrement leur comportement vis-à-vis de l'élévation de température.

Une exposition prolongée à ces températures va provoquer la dégradation des composants du bois et diminuer ses propriétés mécaniques. C'est pour éviter cette dégradation qu'on augmente l'humidité lors du prétraitement. L'eau va agir comme plastifiant pour le bois, ce qui va avoir pour effet de diminuer la température de transition vitreuse en remplaçant les liaisons entre polymères par des liaisons entre le polymère et le plastifiant [17].

On peut voir à la Figure 1.12(a) qu'à une humidité relative importante (et donc une teneur en eau des composants importante) la température de transition vitreuse de la lignine est la plus élevée et constitue donc la température minimale pour le prétraitement du bois. Cette température est comprise entre 80 et 90 °C. Il est important de noter que les températures de transition vitreuse présentées sur ce graphe sont celles pour les composants isolés et pas lorsqu'ils sont liés dans la structure du bois. Sur la Figure 1.12(b), la T_g de la matrice hémicellulose lignine est représentée en fonction de l'humidité relative. On y voit qu'à une humidité relative de presque 100%, la T_g est entre 90 et 100 °C tandis qu'elle est d'environ 170 °C entre 50 et 60 % d'HR.

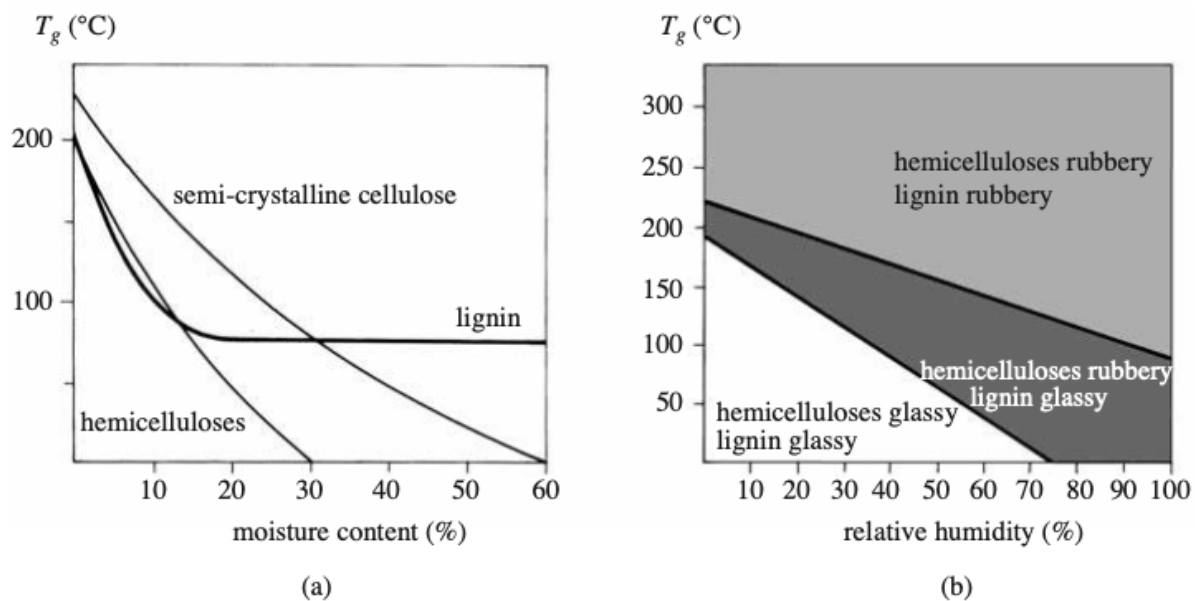


FIGURE 1.12 – Évolution de la température de transition vitreuse des différents composants du bois isolés en fonction de leur teneur en humidité et de celle de la matrice hémicellulose-lignine en fonction de l'humidité relative [44].

Le prétraitement peut se faire de plusieurs manières, que ce soit à l'aide de vapeur d'eau en enceinte climatique, par trempage dans de l'eau bouillante, par application de sable chaud mouillé ou encore par voie chimique en utilisant de l'ammoniac notamment [53].

1.5.2 Densification par compression

Une fois prétraité, le bois est prêt à subir des déformations plastiques et à être densifié à proprement parler. Les fibres du bois sont souvent modélisées par des alvéoles hexagonales à la manière des structures en nid d'abeille. Cet arrangement présente une courbe contrainte-déformation sous compression typique présentée à la Figure 1.13. Lorsqu'il est mis sous charge, le bois réagit dans un premier temps de manière purement élastique où la contrainte est proportionnelle à la déformation. S'ensuit une région où la contrainte n'évolue pas beaucoup malgré des déformations importantes. On y observe le flambement des parois cellulaires et le passage à un régime plastique (voire de rupture fragile de ces dernières si le bois n'est pas prétraité) [39]. Les cellules de printemps, dont les parois cellulaires sont plus fines, vont céder en premier et participer à la propagation du phénomène [44]. Les cellules d'été, plus résistantes, sont alors déformées jusqu'à la fermeture totale de leur lumen (partie creuse de la cellule). La distinction des deux types de cellules et de leur résistance à la compression est visible à la Figure 1.14.

La dernière partie consiste en une augmentation rapide de la contrainte qui résulte de la fermeture des dernières porosités et de la compression supplémentaire des cellules écrasées au préalable.

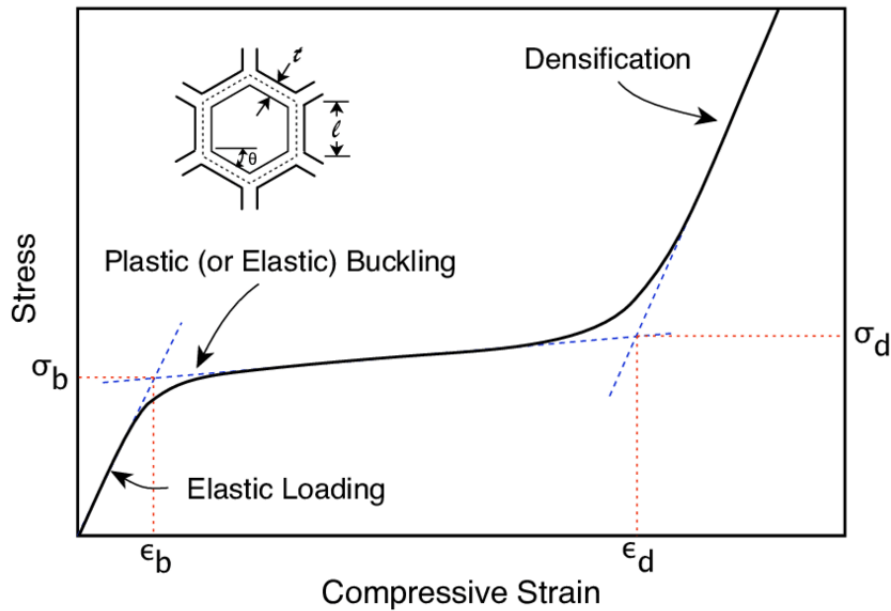


FIGURE 1.13 – Vue schématique de la courbe contrainte déformation de compression transverse pour le bois [39].

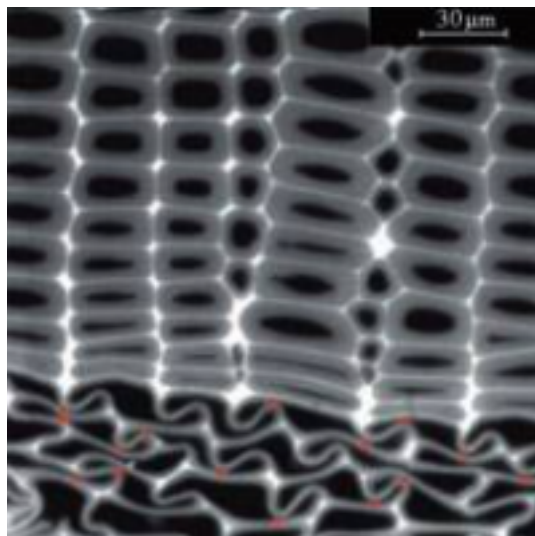


FIGURE 1.14 – Micrographie au microscope d'un échantillon d'épicéa densifié à 5%. Les cellules de printemps (en dessous) sont totalement écrasées contrairement aux cellules d'été (au-dessus) [53].

L'aire comprise sous la courbe des deux premières phases de densification correspond à l'énergie absorbée par le bois durant la compression [22]. Des contraintes internes s'accumulent durant toute cette phase et peuvent être une des causes majeures du retour de forme si elles ne sont pas relâchées correctement [29].

1.5.3 Post-traitement

Le post-traitement a pour but de diminuer au maximum le retour de forme tout en conservant le mieux possible les propriétés mécaniques du bois densifié. Comme spécifié plus tôt, le retour visco-élastique est dû à l'accumulation des contraintes internes durant la période de densification et au gonflement des fibres de bois lors du contact avec une atmosphère chaude et humide. Pour éviter cela et maintenir les bienfaits de la densification, plusieurs techniques existent [35][39] :

- ❑ La relaxation des contraintes internes
- ❑ La formation de liaisons entre les composants
- ❑ L'isolement des polymères de l'humidité et température

Sous l'action de la chaleur, l'hémicellulose est le premier constituant du bois à se dégrader. Cela entraîne une diminution importante de l'hygroscopicité du bois et donc de sa tendance à se lier avec des molécules d'eau. En effet, la diminution de sites hydroxyles O-H, très présents dans l'hémicellulose, va réduire l'adsorption d'eau et le gonflement du bois à la suite du post-traitement. Un autre effet de la chaleur est l'apparition de microfissures

intercellulaires dues au gradient de température qui peut être important à la fin du post-traitement [44]. Ces microfissures vont d’une part dissiper une partie de l’énergie élastique stockée dans le bois densifié et donc relaxer les contraintes internes, mais aussi affecter négativement ses propriétés mécaniques. Il faut donc trouver un juste milieu pour préserver les propriétés acquises lors de la densification et avoir une bonne stabilité dimensionnelle. Pour cela, il est suggéré de ne pas dépasser 180°C lors des phases de post-traitement [44]. Il est également intéressant de noter que les traitements thermiques améliorent grandement la durabilité du bois et donc sa résistance aux attaques biologiques [44][46], ce qui constitue un avantage indéniable pour toutes les structures en bois.

L’utilisation de vapeur sous pression permet également de favoriser la stabilité dimensionnelle des échantillons densifiés. D’une part, la cinétique de dégradation de l’hémicellulose va être augmentée [42], ce qui permet de diminuer le temps de post-traitement. Cela va favoriser la productivité du procédé et diminuer la perte de propriétés mécaniques dues au post-traitement. D’autre part, la vapeur d’eau va provoquer l’hydrolyse (rupture d’une liaison covalente par une molécule d’eau) de l’hémicellulose et mener à une décohésion de la matrice formée par la lignine et cette dernière. Cela permet un réarrangement des microfibrilles pour minimiser l’énergie interne et ensuite de reformer des liaisons entre les composants de la matrice [31][39]. Il y a tout de même un risque avec le traitement à la vapeur qui survient à la fin du processus. En effet, dû à la pression de vapeur ambiante, de la vapeur d’eau sous pression est présente dans les fibres du bois. À la fin du post-traitement et lors de la purge du réacteur, il y a un risque de surpression dans l’échantillon, car la vapeur ne peut pas être évacuée instantanément du bois [44]. Cette surpression peut fortement endommager la structure interne du bois.

1.5.4 Procédés de densification THM dans la littérature

De nombreuses recherches ayant pour but d’améliorer les connaissances dans le domaine de la densification du bois ont eu lieu ces dernières années. Certaines d’entre elles ont essayé d’expliquer les différents phénomènes physiques en jeu tandis que d’autres développent des procédés afin d’obtenir les meilleures propriétés possibles pour leur produit final. Cette section présente une revue de certains de ces procédés ainsi que de leurs principaux résultats. Dans tous les procédés, la densification se fait selon direction radiale.

Dans leurs travaux datant de 1993, Inoue et al. [35] analysent la stabilité dimensionnelle et les propriétés mécaniques d’échantillons de bois prétraités à la vapeur. Ils y observent qu’après un prétraitement en conditions saturées à la vapeur et un ratio de compression de 10 à 60%, l’échantillon peut reprendre jusqu’à 85% de son épaisseur initiale. Ils en

concluent qu'un prétraitement à la vapeur ne diminue pas du tout le retour viscoélastique et essayent d'appliquer un traitement de vapeur durant la compression. La stabilité dimensionnelle augmente alors énormément jusqu'à être quasiment complète avec un traitement de 8 min à 200°C . Ces échantillons présentent un gonflement d'environ 10% qui est plus ou moins égal à celui du bois brut non densifié. Sans vapeur, un traitement thermique nettement plus long est nécessaire pour arriver à de tels résultats de retour de forme. Ils ont également densifié des échantillons prétraités d'un ratio de compression de 50% avant d'effectuer un post-traitement soit uniquement thermique, soit en présence vapeur et à haute température pour comparer les propriétés mécaniques. Les échantillons post-traités avec vapeur n'enregistrent pas d'augmentation en dureté et une légère diminution du module de flexion. Les échantillons au post-traitement thermique voient une augmentation de leur module de flexion jusqu'à 180°C et un déclin après.

John O'Connor [46] a étudié en 2007 l'influence d'un procédé nommé *viscoelastic thermal compression* (VTC), qui est un type de procédé THM assez court dans le temps lors duquel les changements en température et en pression sont très brefs. Ses échantillons de peuplier sont placés dans un réacteur fermé préchauffé à 175°C et sont soumis à un prétraitement à vapeur saturée avec une pression de vapeur de 860 kPa pendant 3 minutes sans contrainte appliquée puis 2 minutes avec une contrainte de 1375 kPa. La vapeur est ensuite relâchée et la pression retombe jusqu'à la pression ambiante. Les plaques de compression sont alors chauffées à 200°C et la compression continue jusqu'à l'épaisseur désirée. Enfin, les échantillons sont refroidis à l'eau pendant 2 minutes. Sa densification se fait pour cinq niveaux différents de 30 à 180 %. Le module de flexion est augmenté de 250% pour atteindre 34 GPa tandis que la contrainte de rupture atteint 235 MPa (augmentation de 151 %). Ces deux valeurs sont obtenues pour le plus grand ratio de compression. Il observe une relation linéaire de proportionnalité entre le ratio de compression et l'évolution des propriétés mécaniques.

Dans son mémoire rendu en 2010, Nicolas Mariotti [42] étudie l'effet de la température et du ratio de compression lors de différents procédés sur les propriétés mécaniques du peuplier faux-tremble. Il effectue également une analyse statistique pour observer les interactions et éventuels effets quadratiques des deux variables. Ses conditions de densification sont de 550 kPa de vapeur, une température allant de 140 à 220°C et un ratio de compression entre 30 et 50 %. Il observe que le retour viscoélastique augmente avec le rapport de compression, mais diminue avec la température. Pour un ratio de compression de 50 %, les valeurs du retour viscoélastique vont de 0% à 220°C jusqu'à plus de 60% à 160°C . Selon lui, la température et le ratio de compression ont tous les deux une influence

quadratique sur le module de flexion et ont une interaction entre eux. Il obtient des valeurs jusqu'à 20 *GPa* (augmentation de 150 %). Ses résultats pour la contrainte de rupture sont nettement moins dépendants de la température et ont une valeur maximale de 140 *MPa* (augmentation de 105 %) à un ratio de 50 %. Enfin, il observe une augmentation linéaire de la dureté avec le ratio de compression et une légère influence quadratique de la température. La dureté a augmenté d'un facteur trois entre les meilleurs résultats et le bois brut.

Wehsener et al. [57] ont étudié dans un article paru en 2017 un procédé de densification thermomécanique suivi d'un traitement thermique partiellement sous vide, nommé *Vacu-Process*. Ils étudient plusieurs essences dont le peuplier. La densification se fait à 130 °C et le ratio de compression est de 50 % pour le peuplier. Après la densification, le bois est soumis à un traitement thermique pour lequel trois conditions sont étudiées : à 230 °C et un vide de 20 et 80 % et à 240 °C et un vide de 80 %. Les échantillons sont ensuite refroidis à température ambiante. Le bois densifié est alors testé en flexion et en dureté notamment. Le peuplier utilisé est nettement moins dense que le bois utilisé dans ce travail avec une densité initiale de 350 *kg/m*³. Le module d'élasticité passe de 6.8 à 19.7 *GPa* et le module de rupture de 62 à 121 *MPa* tandis que la valeur de la dureté est pratiquement multipliée par 5 après le procédé. Les propriétés mécaniques les plus intéressantes sont obtenues pour un traitement thermique de 230 °C sous un vide de 80 %. Leurs résultats montrent que les propriétés du peuplier diminuent nettement moins suite à un traitement thermique que celles d'autres essences comme le chêne, le frêne, le hêtre ou l'épicéa. Une avancée majeure de ce travail est qu'elle a été réalisée sur des échantillons de grande taille (2000×110×40 *mm*³).

Enfin, Qilan Fu [31] analyse dans sa thèse en 2019 le comportement du bois lors de la densification THM via la méthode des surfaces de réponses (voir section 4.4). Trois facteurs ont été étudiés : la température (180-220°C), la durée de densification (450-1350 s) et la durée de post-traitement (900-1800 s). Pour quantifier l'influence de ces facteurs, le retour viscoélastique ainsi que la dureté dans le sens des fibres ont été mesurés. Les échantillons sont placés entre les plaques de compression préchauffées à la température désirée et la vapeur est continuellement ajoutée dans l'enceinte au travers d'orifices d'injection situés sur les plateaux. La pression de vapeur maximale est de 550 *kPa* et la contrainte maximale appliquée est de 6 *MPa* pour atteindre un ratio de compression de 50 %. L'analyse statistique montre que les temps de densification et de post-traitement n'ont pas d'influence sur le retour viscoélastique alors que l'influence de la température présente un effet quadratique. Les conditions qui optimisent les deux réponses, le retour viscoélastique et la dureté, sont 180°C, 1004 s de compression et 1445 s de post-traitement. Les propriétés mécaniques ont également été testées suites à ces traitements. La contrainte de rupture en

flexion maximale obtenue est de 214 MPa (augmentation de 45 %), le module atteint 18 GPa (augmentation de 125 %) tandis que la dureté a été augmentée de 50 %. La reprise de forme a également été mesurée en fonction des différentes conditions de densification et passe de 3.4 % pour une densification à 210 °C en présence de vapeur à 57.6 % pour une densification à 180 °C sans vapeur.

Chapitre 2

Matériel et méthodes d'expériences

Diverses expériences ont été effectuées pour déterminer certaines propriétés ou caractéristiques, tant pour le bois densifié que pour le bois brut. Dans un souci de clarté et de répétabilité de celles-ci, le matériel et les méthodes utilisées durant ces expériences sont détaillés dans cette section.

2.1 Bois utilisé

Le bois utilisé dans ce travail est du peuplier commun (*Populus sp.*) originaire de Belgique. Il a été découpé et séché dans la scierie Bourguignon de Tourinnes Saint-Lambert, à 10 km de Louvain-la-Neuve (voir Figure 2.1).



FIGURE 2.1 – Matière première utilisée pour le mémoire.

Il a été débité sur dosse en plateaux de 54 mm d'épaisseur puis déligné (retrait des bords avec l'écorce pour avoir 4 côtés parallèles deux à deux) avant d'être raboté en produit fini de 250×50×50 mm. Les plateaux prélevés l'ont été sur quartier. Le bois a été séché de l'état frais à 12% d'humidité en 10 jours à une température comprise entre 40 et 80 °C à l'air chaud climatisé. Il a ensuite été entreposé dans un hangar du LEMSC aux conditions ambiantes intérieures.

2.2 Essais mécaniques et normes

Durant tous les essais mécaniques effectués, la norme européenne (ayant le statut de norme belge) sur la "Détermination de propriétés physiques et mécaniques pour les structures en bois" NBN EN 408+A1 a été respectée au mieux pour augmenter la répétabilité des expériences.

2.2.1 Densité

La densité ρ des différents échantillons a été calculée aux conditions ambiantes et anhydres (sèches) comme suit :

$$\rho_i = \frac{m_i}{V_i} \quad [kg/m^3] \quad (2.1)$$

où m est la masse [kg], V le volume de l'échantillon testé [m^3] et l'indice i étant *am* pour 'ambiant' et *a* pour 'anhydre'.

La masse a été mesurée à l'aide d'une balance de précision *VWR Science Education* précise au centième de gramme. Le volume est calculé en faisant la moyenne de trois mesures pour chacune des trois dimensions de l'échantillon prises à l'aide d'un pied à coulisse électronique *Garant dC2*. Les conditions anhydres sont atteintes lorsque le bois est chauffé à 103 °C jusqu'à ce que sa masse se stabilise après évaporation de toute l'eau libre et liée contenue dans le bois [60].

En connaissant la masse d'un échantillon ainsi que sa masse anhydre, il est possible de calculer l'humidité de cet échantillon :

$$H = \frac{m - m_a}{m_a} \times 100 \quad [\%] \quad (2.2)$$

avec H la teneur en humidité [-], m la masse du bois testé et m_a la masse du bois anhydre [g].

2.2.2 Essais de traction

Pour effectuer des essais de traction, le bois brut a été usiné dans la forme d’une éprouvette de traction comme celle visible à la Figure 2.2. La veille de l’essai, des plaques d’aluminium sont collées de part et d’autre des extrémités de l’éprouvette avec une colle bi-composants pour éviter d’abimer l’échantillon avec les mors lors de la traction.

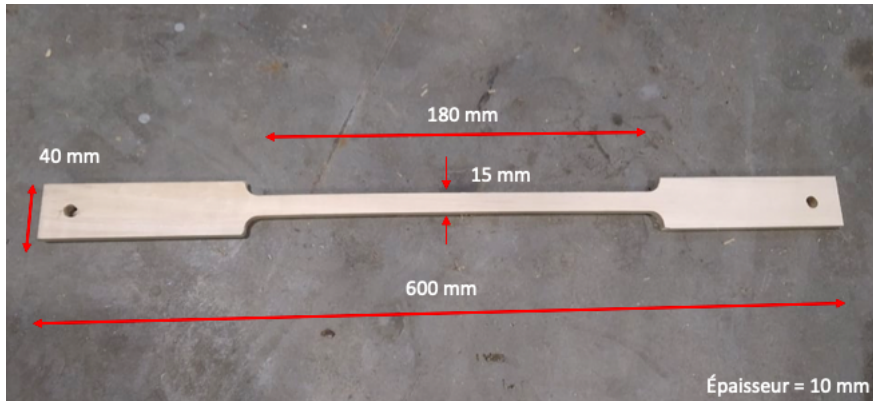


FIGURE 2.2 – Éprouvette de traction

Afin de respecter les normes, l’essai doit se dérouler en 300 ± 120 s. Une vitesse de déformation de 1 mm/min permet de rester dans ces bornes. Avant de démarrer l’essai, une précharge de 10 N est effectuée pour relaxer les contraintes imposées par le serrage des mors et minimiser le jeu. Les deux grandeurs d’intérêt lors d’un essai de traction sont la contrainte de rupture en traction σ_t et le module de Young E . La déformation étant très faible ($< 1\%$) on utilise la déformation et la contrainte nominale qui peuvent être calculés comme suit :

$$\sigma_t = \frac{F_{max}}{A_0} \quad [MPa] \quad (2.3)$$

où F_{max} est la force maximale atteinte lors de la rupture [N] et A_0 la section initiale de l’éprouvette [m^2].

$$\epsilon = \frac{\Delta L}{L_0} \quad [-] \quad (2.4)$$

où ΔL est l’allongement de l’échantillon mesuré par un extensomètre tout au long du processus [mm] et L_0 la longueur initiale de la partie de l’éprouvette de section plus fine [mm].

Avec ces deux valeurs, il est possible de déterminer le module d’élasticité qui relie la contrainte et la déformation dans le domaine élastique :

$$E = \frac{\sigma}{\epsilon} \quad [GPa] \quad (2.5)$$

La machine de traction utilisée est la *Zwick Roell RetroLine 50*.

2.2.3 Essais de compression

Pour définir la résistance à la compression du bois brut, des essais de compression ont été menés sur des échantillons parallélépipèdes rectangles de dimension 120x20x20mm. À nouveau, l'essai doit être réalisé en 300 ± 120 s et le rapport entre la longueur et la hauteur doit respecter la condition $L/h \geq 6$. La vitesse de compression imposée a été de $2\text{mm}/\text{min}$.

La contrainte de rupture en compression σ_c est calculée de la même manière que l'équation 2.3 en comprimant l'échantillon axialement (voir Figure 2.3).

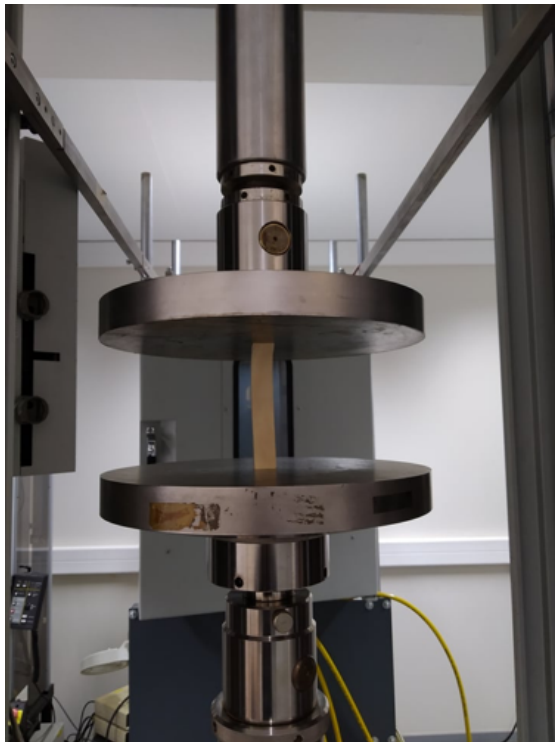


FIGURE 2.3 – Compression axiale et flambement d'un échantillon.



FIGURE 2.4 – Compression transverse (densification) d'un échantillon en étuve.

La densification des échantillons a quant à elle été effectuée en comprimant l'échantillon perpendiculairement aux fibres dans la machine équipée d'une étuve (voir Figure 2.4). La taille des plateaux de compression qui ont un diamètre de 300 mm et l'espace dans l'étuve limitent la taille des échantillons pouvant être densifié à l'aide de cette machine. L'étuve ne présente malheureusement pas de système de régulation ou de gestion de l'humidité et l'introduction d'humidité en son sein a été déconseillé par l'équipe technique.

La densification a donc dû se produire en l'absence d'un contrôle d'humidité. Dans les deux cas, la machine utilisée est la *Zwick Roell Z250*.

2.2.4 Essais de flexion

Les tests de flexion se font sur la même machine de test que pour la traction, la *Zwick Roell RetroLine 50*. Pour respecter les normes d'essai, il faut que la distance entre les appuis inférieurs soit au moins 18 fois supérieure à la hauteur de l'échantillon. La distance entre les appuis supérieurs, qui sont placés à équidistance des appuis inférieurs, est donc de 6 fois la hauteur. Le montage est donc adapté aux dimensions de chaque échantillon en fonction de sa hauteur afin de toujours respecter le ratio imposé par la norme. Une représentation schématisée du montage est visible à la Figure 2.5 où l'on peut voir la force F répartie équitablement sur les deux appuis, la distance entre appuis a , la portée L ainsi que la flèche mesurée Δ qui est la distance entre la fibre neutre avant l'application de la contrainte et dans la configuration chargée.

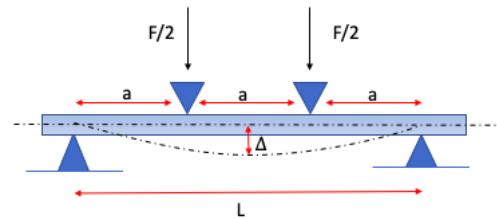
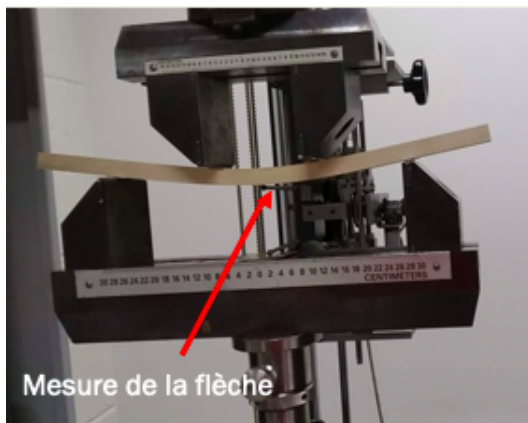


FIGURE 2.5 – Photo et schéma du montage de l'essai flexion 4 points avec les principales grandeurs géométriques et la mesure de la flèche.

Pour un essai de flexion à 4 points où la portée de chargement vaut un tiers de la portée de support, la contrainte de rupture dans les fibres inférieures est donnée par :

$$\sigma_f = \frac{F_{max}L}{bh^2} \quad [MPa] \quad (2.6)$$

où F_{max} est la force maximale atteinte à la rupture [N], b la largeur de l'échantillon [m] et h sa hauteur [m]. La rupture est atteinte lors d'une diminution abrupte de la contrainte et se manifeste sous forme de craquements sonores et d'un endommagement de l'échantillon (voir Figure 2.6).



FIGURE 2.6 – Rupture d'un échantillon de flexion.

Le module d'élasticité E en flexion peut être calculé sur base de l'équation de la flèche maximale Δ_{max} [56] :

$$\Delta_{max} = \frac{(F_{max}/2)L^3}{24EI} \left(\frac{3a}{L} - \frac{4a^3}{L^3} \right) \quad [m] \quad (2.7)$$

où $I = bh^3/12$ est le second moment d'inertie [m^4] de l'échantillon testé. Malgré la géométrie imparfaite et variable d'un échantillon à l'autre, cette inertie a été simplifiée à celle d'une poutre de section rectangulaire.

En réarrangeant les termes, on peut donc isoler le module d'élasticité :

$$E = \frac{F'}{4\Delta'bh^3}(3aL^3 - 4a^3) \quad [GPa] \quad (2.8)$$

où F' et Δ' sont un accroissement de la force et de la flèche respectivement, dans la plage des déplacements élastiques. Il faut également noter que les contraintes de cisaillement sont négligées.

Ces deux formules peuvent être retrouvées dans les normes NBN EN 408+A1 pour la détermination du module global d'élasticité en flexion (section 9) et de la résistance en flexion (section 20).

2.2.5 Essais de microdureté

La dureté est la mesure de la résistance mécanique à la pénétration d'un matériau. Elle peut être utilisée comme propriété en tant que tel (par exemple pour qualifier la qualité de lattes de parquet) ou faire le lien avec d'autres propriétés comme la rigidité du matériau testé. Les essais de dureté sont faciles à mettre en œuvre et sont généralement non destructifs pour l'échantillon testé (même s'il faut le préparer au préalable). Il existe différentes techniques d'indentation qui diffèrent entre elles par la forme de la pointe d'in-

dentation, les plus courantes étant les pointes Vickers, Brinell, Rockwell ou Knoop. Dans la littérature scientifique, la dureté Brinell ou Monnin est utilisée pour caractériser le bois, mais les pointes d'indentation disponibles ne permettaient pas de mesures en série pour le Brinell et c'est donc la dureté Vickers qui a été préférée parmi les techniques citées ci-dessus.

Avant de réaliser l'essai en tant que tel, la surface d'intérêt de l'échantillon doit d'abord être polie pour obtenir des images de qualité lors de l'analyse des résultats et des mesures précises et reproductibles. Pour cela, on utilise une polisseuse *Metkon Forcipol 102* (Figure 2.7) à sec avec l'application successive de trois draps de polissage SiC de taille de grain décroissant (80=170 μm - 320=30 μm - 600=15 μm). Chaque échantillon est poli 90 s avec chaque drap. Une fois l'échantillon poli, l'indentation est réalisée avec une machine d'essai de dureté *Emcotest DuraScan 70 G5* (voir Figure 2.8). Une charge de 1 kgf ($\simeq 9,807N$) est appliquée pendant 10 secondes à la surface du matériau et la taille de l'empreinte est mesurée à l'aide d'un microscope intégré dans la machine. La mesure de cette empreinte permet de déterminer la dureté via la formule suivante :

$$HV = \frac{2F \cdot \sin\left(\frac{136^\circ}{2}\right)}{g \cdot d^2} \simeq 0,1891 \cdot \frac{F}{d^2} \quad (2.9)$$

où HV est la dureté Vickers [MPa], F la force appliquée [N], g le facteur de conversion entre le kgf et le N et d la moyenne des diagonales de l'empreinte [mm] (voir Figure 2.9).

Sur chaque échantillon testé, 9 indents ont été mesurés pour observer la variabilité des résultats et l'homogénéité de la densification. La dureté a été testée à la fois dans le sens et perpendiculairement aux fibres.

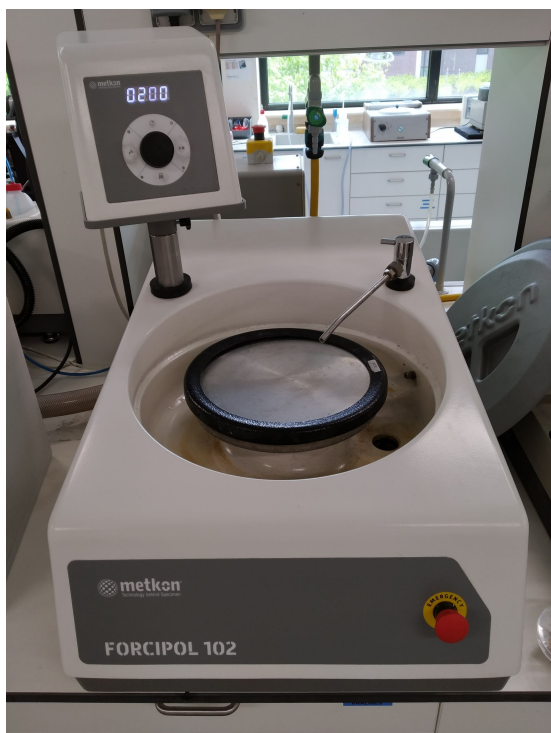


FIGURE 2.7 – Polisseuse *Metkon Forcipol 102*.



FIGURE 2.8 – Machine d'essai de dureté *Emcotech DuraScan 70 G5*.

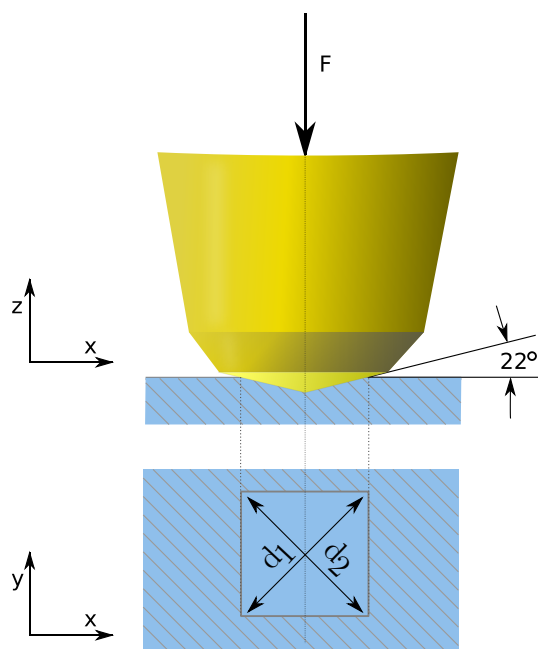


FIGURE 2.9 – Pointe Vickers et mesure de l'empreinte laissée dans le matériau indenté [28].

2.3 Détermination de la perte de masse et de la température de transition vitreuse

2.3.1 Analyse thermogravimétrique en poids (TGA)

Afin de déterminer la perte de masse liée à la dégradation thermique des composants du bois, on peut recourir à l'analyse thermogravimétrique. Cette technique consiste à mesurer l'évolution de la masse d'un échantillon de quelques microgrammes en fonction de la température et du temps.

L'échantillon est placé dans une balance de précision située à l'intérieur d'un four programmable dont l'atmosphère peut être variable (sous air ou sous azote). Plusieurs mesures sont possibles en fonction du régime de température :

- ❑ Mesure *Isotherme* où la température est maintenue constante et l'évolution est observée à cette température donnée.
- ❑ Mesure *Dynamique* où la température évolue de manière linéaire tout au long de l'opération.

Pour évaluer les différents mécanismes de dégradation, une première mesure dynamique de la température ambiante jusqu'à 600°C à 10 K/min a été effectuée. Une seconde analyse en isotherme à 200°C pendant une heure a été réalisée. Ce sont effectivement les conditions de température les plus extrêmes auxquelles les échantillons sont soumis durant les expériences et il est important de savoir s'ils y subissent des dégradations importantes. Les analyses TGA ont été effectuées avec la *TGA/SDTA851e Mettler Toledo*.

2.3.2 Calorimétrie différentielle à balayage (DSC)

L'évaluation de la température de transition vitreuse n'est pas une opération facile et peut se réaliser à l'aide d'une technique nommée calorimétrie différentielle à balayage. On y mesure la quantité de chaleur nécessaire pour augmenter la température de l'échantillon comparé à celle d'une référence. En fonction de l'évolution du flux de chaleur, il est possible de détecter des changements de phase comme une température de fusion ou de cristallisation, mais également des phénomènes plus subtils marqués par exemple par la température de transition vitreuse. L'avantage de cette technique est qu'elle est très facile à mettre en œuvre, mais il n'est pas toujours facile d'observer la T_g pour un échantillon à base de bois.

Dans le but de déterminer la T_g du bois utilisé, à la fois en conditions ambiantes et en conditions prétraitées, des échantillons ont été testés avec une DSC sous haute pression

de la température ambiante jusqu'à 220°C. Ceci est fait pour éviter que l'évaporation de l'eau contenue dans l'échantillon n'ait lieu dans la même gamme de température que la T_g . En effet, le fait d'imposer une pression de 20 bar durant le test permet de retarder l'évaporation, qui va sinon provoquer une variation du flux de chaleur occultant le signal de la T_g [25]. Les analyses DSC ont été effectuées avec la *DSC1 Mettler Toledo*.

2.3.3 Analyse mécanique dynamique (DMA)

L'analyse DMA est une autre méthode, plus précise que la DSC, pour déterminer la température de transition vitreuse d'un matériau. Elle est utilisée pour étudier les polymères viscoélastiques en leur appliquant une contrainte sinusoïdale. En effet, si l'échantillon testé est totalement élastique, la contrainte sera parfaitement proportionnelle à la déformation en étant reliés par le module de Young E ; mais les deux grandeurs sont surtout en phase. Ce n'est pas le cas pour un échantillon viscoélastique pour lequel la déformation va présenter un certain déphasage δ par rapport à la contrainte. Pour modéliser cela, les équations de contrainte-déformation peuvent s'écrire :

$$\sigma = \sigma_0 \sin \omega t + \delta \quad (2.10)$$

$$\epsilon = \epsilon_0 \cos \omega t \quad (2.11)$$

où ω est la fréquence d'oscillation [Hz] et t le temps [s].

Il est possible d'évaluer l'angle de phase δ ainsi que de séparer le comportement visqueux et élastique du polymère testé. Pour un matériau comme le bois, il est préféré d'appliquer une contrainte en cisaillement plutôt qu'en traction. On définit alors le module de cisaillement G^* , une valeur complexe composée du module de stockage G' qui représente l'énergie stockée et la partie élastique, ainsi que le module de perte G'' qui représente l'énergie dissipée sous forme de chaleur et la partie visqueuse [59] :

$$\left. \begin{aligned} G' &= \frac{\sigma_0}{\epsilon_0} \cos(\delta) \\ G'' &= \frac{\sigma_0}{\epsilon_0} \sin(\delta) \end{aligned} \right\} \rightarrow G^* = G' + iG'' \quad (2.12)$$

$$\tan \delta = \left(\frac{G''}{G'} \right) \quad (2.13)$$

Pour l'analyse thermique, il est courant de représenter les modules de stockage et de perte ainsi que le facteur de perte $\tan(\delta)$ qui est le rapport des deux. Aux alentours de la T_g , le module de stockage G' va fortement diminuer tandis que le module de perte G'' augmente pour atteindre un maximum. Cette tendance est alors bien mise en valeur par le facteur

de perte qui permet de facilement identifier la T_g .

Dans le cas présent, un échantillon cubique de 2mm de côté a été testé avec l'application d'une contrainte sinusoïdale en cisaillement de fréquence 1 Hz et d'amplitude 1N ($10\mu m$ si le contrôle se fait en déplacement) sur une plage de température allant de l'ambiante à $220^\circ C$. Les analyses DMA ont été effectuées avec la *DMA/STDA861 Mettler Toledo*.

2.4 Procédé de densification

Dans le cadre de ce travail, l'optimisation d'un procédé de densification thermomécanique a été étudié. Ce procédé se déroule en 4 étapes décrites à la section 1.5 et à la Figure 1.11. Les périodes de prétraitement, de post-traitement et de refroidissement ont été maintenues constantes pour toutes les expériences. Durant le prétraitement, les échantillons sont entreposés dans une enceinte climatique à $95^\circ C$ et 98% d'humidité relative jusqu'à ce que leur masse n'évolue plus. L'étape de densification a été étudiée plus en profondeur en faisant varier différents paramètres (température, ratio de compression, vitesse de compression, durée de compression) et en ayant recours à l'analyse statistique pour observer leur influence. Cette partie sera plus développée dans la section 4.5. Le post-traitement consiste en un traitement thermique à $180^\circ C$ pendant 45 minutes après lequel les échantillons sont refroidis naturellement à la température et aux conditions ambiantes. Les échantillons sont sous la forme d'une poutre de section carrée de dimensions $250 \times 20 \times 20$ mm et la densification se fait selon la direction radiale.

2.5 Analyse statistique

L'étape de densification du procédé TM a été optimisée à l'aide de la *méthode des surfaces de réponse (MSR)* avec le logiciel statistique *JMP 16 Pro* en observant l'influence de quatre variables différentes : le ratio de densification (R), la température (T), la durée de densification (D) et la vitesse de densification (V). Le ratio de densification est défini par :

$$R = \frac{e_0 - e_c}{e_0} \times 100 \quad [\%] \quad (2.14)$$

avec e_0 l'épaisseur initiale de l'échantillon [mm] et e_c son épaisseur après compression [mm].

Chaque variable peut prendre trois niveaux différents situés entre des bornes inférieures et supérieures qui définissent le domaine de cette variable.

Variable	Code et niveau		
	-1	0	1
(R) Ratio de densification [%]	50	62.5	75
(T) Température [°C]	140	170	200
(D) Durée de densification [s]	500	1150	1800
(V) Vitesse de densification [mm/min]	0.5	2.25	4

TABLE 2.1 – Code et niveau pour chaque variable

Les réponses mesurées pour caractériser l'influence de ces différentes variables sont le module d'élasticité en flexion E_f , la contrainte de rupture en flexion σ_f ainsi que la dureté moyenne $H_{l,moy}$ et maximale $H_{l,max}$ dans le sens des fibres. Ces quatre réponses doivent être maximisées par le procédé. Un module d'élasticité et une contrainte de rupture les plus hautes possible sont intéressants pour permettre de reprendre des efforts importants sans se déformer plastiquement ou si la déformation a lieu, de rompre le plus tard possible. Une dureté importante assure un matériau final qui ne s'abîme pas aisément et peut également renseigner sur la rigidité et la résistance du matériau.

Pour tester l'entière des combinaisons des différents paramètres, il aurait fallu faire 81 expériences. Afin de ne pas devoir tester l'ensemble des 81 jeux de paramètres, un plan d'expérience pour surfaces de réponse a été réalisé pour pouvoir prédire et optimiser les réponses au moyen d'un modèle polynomial d'ordre 2.

Méthode des surfaces de réponse

Un plan d'expérience comportant 21 expériences réparties en 3 blocs indépendants a donc été modélisé pour l'analyse par la MSR. Ces 3 blocs correspondent aux 3 jours durant lesquels les expériences ont été menées. Chacune de ces expériences représente un point du domaine du plan. Ce domaine peut être représenté par l'hypercube formé de la combinaison des domaines des 4 variables. Parmi ces 21 points, 4 sont la répétition du *point au centre* pour lequel le code de toutes les variables vaut 0 (R=62.5, T=170, D=1150, V=2.25). Il y a donc 17 points distincts en tout. Ces points au centre servent à observer la variabilité des expériences et augmenter la puissance du modèle.

Une fois toutes les expériences effectuées, une valeur par réponse est associée à chaque point et il est alors possible d'observer quel paramètre ou interaction de paramètres affecte le plus la réponse. Il faut cependant s'assurer que les conditions d'application du modèle de régression soient respectées avant de faire l'analyse de celui-ci. En effet, *JMP* va établir un modèle polynomial d'ordre 2 adapté au plan pour prédire l'influence des différents

paramètres sur la réponse [31] :

$$P = \beta_0 + \sum_{i=1}^4 \beta_i x_i + \sum_{i=1}^4 \beta_{ii} x_i^2 + \sum_{i=2}^4 \sum_{j=1}^{i-1} \beta_{ij} x_i x_j \quad (2.15)$$

où P est la réponse, x_i et x_j sont deux des variables, β_0 est une constante et β_i , β_{ii} et β_{ij} sont les coefficients de l'effet linéaire, quadratique et d'interaction [31]. À noter que l'interaction (R, T) est la même chose que l'interaction (T, R) et n'est donc présente qu'une seule fois dans le modèle polynomial et explique les indices pour la double sommation (voir Tableau 2.2).

Effet linéaire	Effet quadratique	Effet d'interaction
R	R^2	(R, T)
T	T^2	(R, D)
D	D^2	(R, V)
V	V^2	(T, D)
		(T, V)
		(D, V)

TABLE 2.2 – Tableau reprenant les différents effets linéaires, quadratiques et d'interaction

La différence entre la valeur obtenue pour la réponse et la prédiction du modèle est appelée *un résidu*. Pour que le plan puisse être analysé, il faut que ces résidus soient indépendants, qu'ils soient distribués de manière normale et que leur variance soit homogène.

Si ces conditions sont remplies, l'analyse peut être effectuée. Il est possible de juger de la qualité du modèle en observant le coefficient de détermination R^2 ainsi sa valeur ajustée R_{aj}^2 . Le coefficient de détermination est un nombre compris entre 0 et 1 qui exprime la proportion d'information qui est expliquée par le modèle. Plus R^2 est proche de 1 et plus le modèle permet de prédire avec précision la réponse désirée. La valeur ajustée sera toujours inférieure ou égale à R^2 , elle est pénalisée par la taille du modèle et permet d'éviter de choisir un modèle qui serait sur-ajusté ou trop lourd par rapport à la taille du jeu de données.

Les effets ayant une influence significative sur la réponse sont ceux ayant une p-valeur inférieure à 5%, signifiant que l'hypothèse nulle H_0 que le coefficient β associé est nul peut être rejeté. Ainsi, on peut accepter l'hypothèse alternative stipulant que le coefficient β associé à l'effet est non-nul et que celui-ci est significatif. Les paramètres aux valeurs de p-valeur très importantes peuvent être retirés du modèle pour gagner en précision.

Un dernier avantage de cette approche est qu'il est possible de rassembler les différentes

réponses et de les maximiser en attribuant un poids différent à chacune d'entre elles. Il faut pour cela définir une fonction de désirabilité pour chaque réponse qui attribue une désirabilité de 0 à une valeur 10% inférieure à la plus petite réponse obtenue et de 1 à une valeur 10% supérieure à la plus grande. On peut alors trouver les conditions d'expérience qui vont maximiser la désirabilité de chaque réponse même si l'expérience en question n'a pas été effectuée.

Cette analyse a donc été effectuée pour les quatre réponses citées ci-dessus. Deux des échantillons correspondant à un point au centre ont été utilisés pour effectuer les tests de retour de forme.

2.6 Retour de forme

Une dernière expérience a été menée pour mesurer la stabilité dimensionnelle des échantillons densifiés. Ceux-ci ont été soumis à deux cycles de mouillage de 24 h et un troisième de 48 h, chaque fois suivis de 2 h de séchage à 100 °C où leur épaisseur a été mesurée après chaque étape. Deux conditions de mouillage ont été investiguées, un des échantillons est immergé dans de l'eau à température ambiante tandis que l'autre est conservé dans une enceinte climatique à 40 °C et 80 %HR pour simuler des conditions importantes de température et d'humidité auxquelles le bois densifié pourrait être confronté.

Le taux de reprise (TR) est défini de la manière suivante :

$$TR = \frac{e_2 - e_1}{e_0 - e_1} \times 100 \quad [\%] \quad (2.16)$$

où e_2 est l'épaisseur de l'échantillon densifié après un cycle de mouillage [mm], e_1 l'épaisseur de l'échantillon densifié [mm] et e_0 l'épaisseur de l'échantillon brut [mm].

Chapitre 3

Résultats et Discussion

Les résultats obtenus durant les différentes expériences sont présentés dans cette section et feront l'objet d'une discussion de mise en perspective avec l'État de l'Art présenté précédemment. Les résultats obtenus qui ne sont pas présentés dans cette partie se trouvent dans les Annexes. Dans un premier temps, les résultats issus de la caractérisation mécanique, thermique et thermomécanique du bois brut sont présentés. Ensuite, les résultats du pré- et du post-traitement sont exposés et justifient certains choix opérés pour le procédé de densification. Ce dernier constitue le cœur de ce travail et fait l'objet d'une analyse plus poussée pour déterminer les meilleures conditions de densification. Enfin, le retour de forme qui peut survenir après la densification sera présenté et discuté.

3.1 Caractérisation du bois brut

Différentes propriétés mécaniques du bois brut utilisé ont été mesurées et calculées pour pouvoir les comparer aux valeurs existantes dans la littérature scientifique (voir section 3.3) et servir de référence pour les valeurs du bois densifié. Pour ce faire, le peuplier a été testé en traction uniaxiale, en compression axiale et en flexion 4 points ainsi qu'en dureté. Une analyse thermique a également été effectuée pour déterminer la perte de masse du bois à haute température et sa température de transition vitreuse.

3.1.1 Propriétés mécaniques

Beaucoup de propriétés mécaniques du bois sont corrélées à l'humidité du bois. Celle-ci a donc été mesurée pour divers échantillons à l'aide de l'équation 2.2 et le bois stocké au laboratoire présente une humidité très constante de 7.5%. La densité du bois moyenne mesurée aux conditions ambiantes sur trente échantillons est de $519,1 \text{ kg/m}^3$. Cette valeur

est supérieure à celles trouvées dans la littérature ($\bar{\rho} = 450 \text{ kg/m}^3$), d'autant plus que les conditions de mesure sont d'habitude à 12 % d'humidité du bois, ce qui accroît encore la différence entre les valeurs mesurées et celles de la littérature. Cette différence peut expliquer le fait que certaines propriétés du bois brut de peuplier étudié dans ce travail soient supérieures aux valeurs attendues dans la littérature pour cette essence.

Traction uniaxiale

À l'aide des équations 2.3 et 2.5 et en faisant la moyenne sur les échantillons de bois brut testés, on trouve un module de Young de $9,5 \pm 1,9 \text{ GPa}$ et une contrainte de rupture à la traction de $64,7 \pm 6,4 \text{ MPa}$. Ces valeurs sont tout à fait cohérentes avec ce qu'on peut trouver dans la littérature ($E_t = 8\text{-}9.5 \text{ GPa}$, $\sigma_t = 69\text{-}76 \text{ MPa}$), le module étant dans la tranche supérieure et la contrainte dans la tranche inférieure. Cependant, seuls deux échantillons ont pu être testés en traction. Ces résultats ne sont donc pas totalement représentatifs de la variabilité qu'il peut y avoir pour le bois. La courbe contrainte-déformation d'un des échantillons est visible à la Figure 3.1. À nouveau, la rupture est définie comme la diminution abrupte de la contrainte et l'endommagement de l'échantillon testé. La mesure de la déformation est arrêtée lors de la rupture. Deux irrégularités sont visibles sur la courbe et peuvent être dues à des défauts dans le bois comme un nœud ou une concentration de porosités qui vont affecter la réponse macroscopique de l'échantillon.

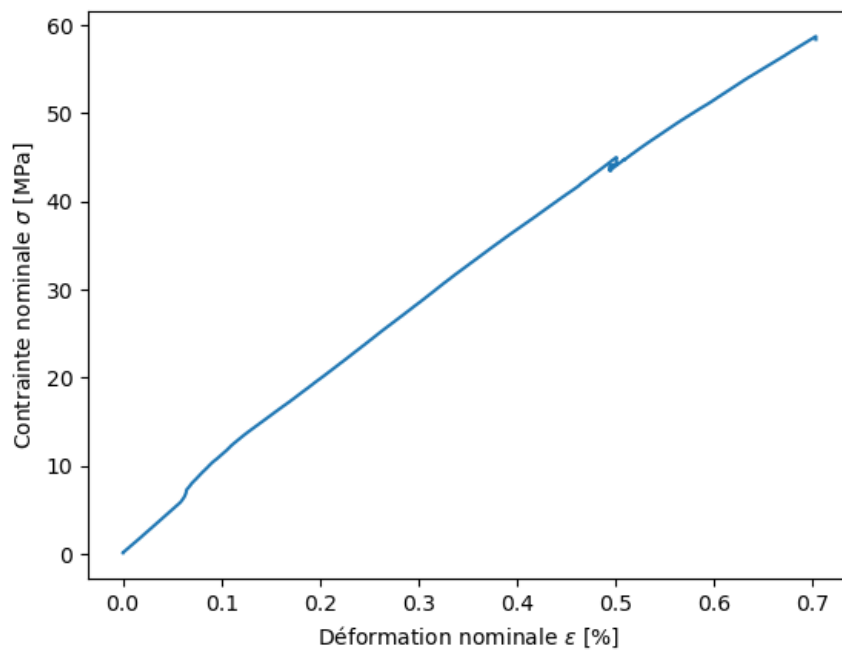


FIGURE 3.1 – Courbe contrainte-déformation pour un échantillon de traction.

Compression axiale

À nouveau, il est possible de trouver la contrainte de rupture en compression axiale à l'aide de l'équation 2.3. Douze échantillons ont été testés en compression et les différentes courbes contrainte-déformation sont visibles à la Figure 3.2. En faisant la moyenne sur ces 12 échantillons, on trouve une contrainte de rupture en compression de $39,6 \pm 3,1$ MPa ce qui est à nouveau cohérent avec les valeurs hautes de la littérature ($\sigma_c = 29-37$ MPa).

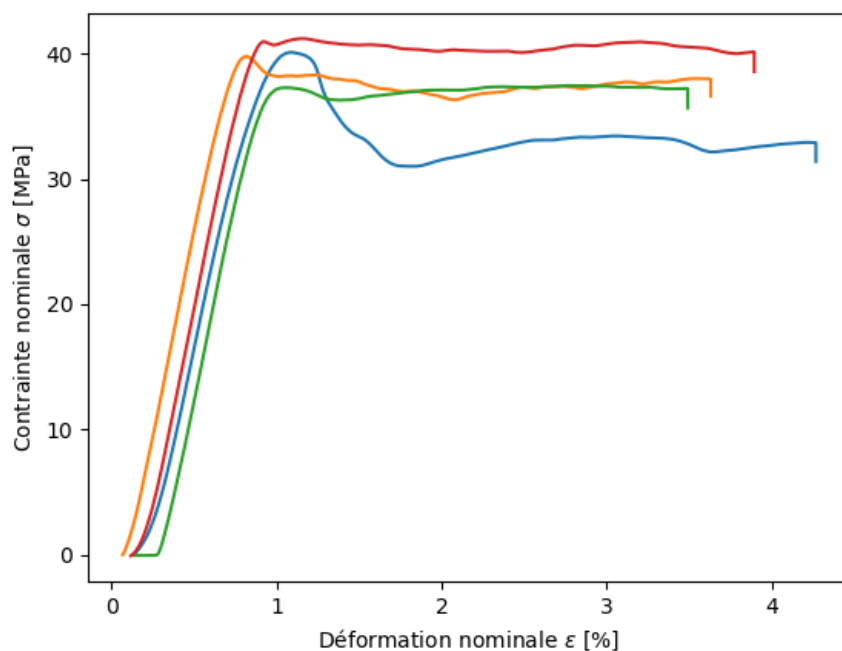


FIGURE 3.2 – Courbe contrainte-déformation pour différents échantillons de compression.

Les courbes contrainte-déformation en compression axiale suivent bien la tendance décrite à la Figure 1.10 avec une zone élastique qui atteint un maximum avant de décroître et de se prolonger en plateau. Une explication à cela est l'apparition de microflambement local des fibres du bois qui mène à des bandes de cisaillement dans l'échantillon [4]. À la Figure 3.3, deux échantillons endommagés lors de l'essai de compression axiale sont présentés. La bande de cisaillement due au microflambement y est très visible. Une fois que cet endommagement a eu lieu sur l'échantillon, l'essai a été arrêté, ce qui explique que l'augmentation de contrainte qui suit le plateau en théorie n'est pas visible sur le graphe.

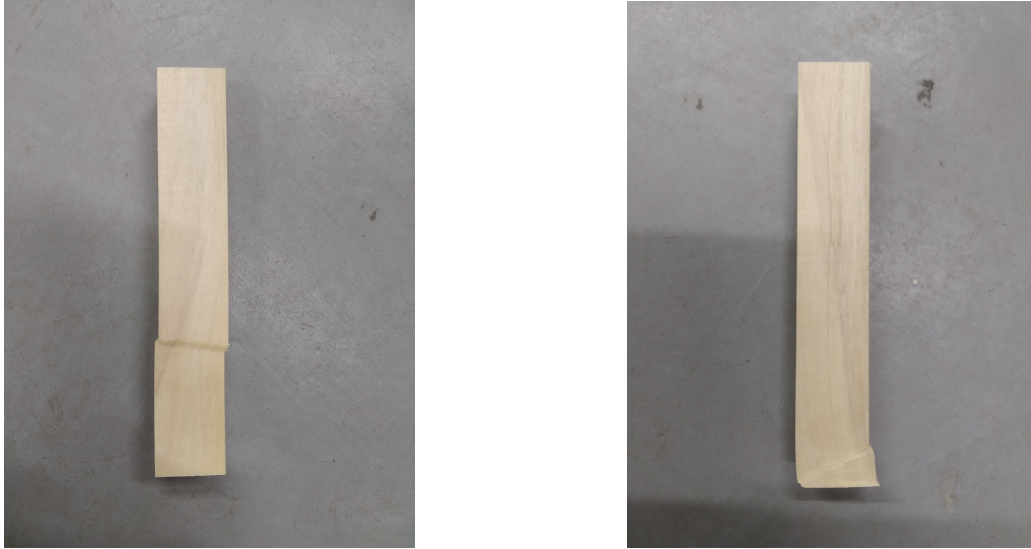


FIGURE 3.3 – Échantillons soumis à une charge de compression axiale. Une bande de cisaillement est visible.

Compression transversale

La courbe contrainte-déformation d'un échantillon comprimé perpendiculairement aux fibres du bois est présentée à la Figure 3.4. Les différentes étapes de densification décrites à la Figure 1.13 y sont très visibles avec une zone élastique suivie du flambement des parois cellulaires pour finir par la densification et la compression des cellules écrasées.

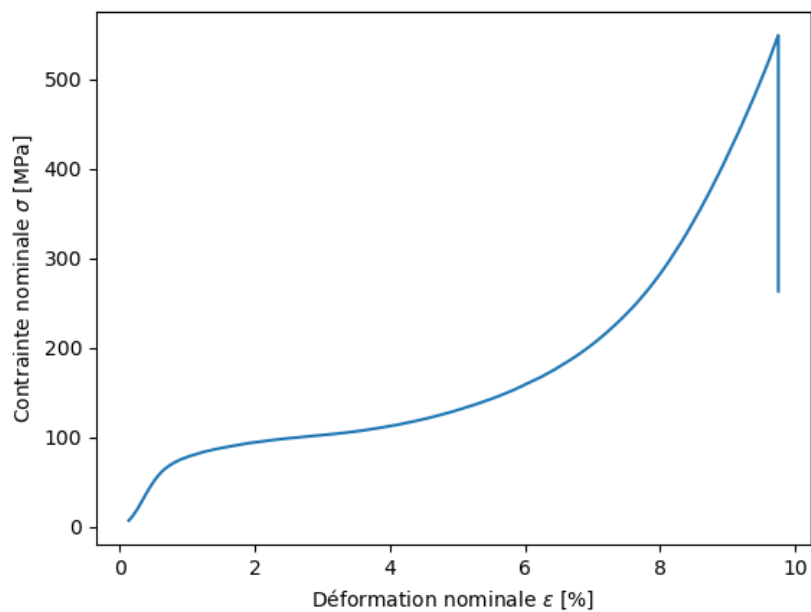


FIGURE 3.4 – Courbe contrainte-déformation pour un échantillon densifié perpendiculairement aux fibres.

Flexion 4 points

La résistance à la flexion et le module d'élasticité sont donnés par les équations 2.6 et 2.8. En faisant la moyenne sur les différents échantillons testés, le module d'élasticité vaut $\bar{E}_f = 13,4 \pm 5,5$ GPa et la contrainte de rupture $\bar{\sigma}_f = 91,2 \pm 7$ MPa. Ces valeurs sont anormalement élevées par rapport à ce qui est attendu et peut être expliqué par la présence de deux échantillons qui ont des modules deux fois plus élevés que les autres. Durant l'essai, l'extensomètre n'était pas réglé correctement pour ces deux tests et n'était pas bien en contact avec les fibres inférieures de l'échantillon (autour de 1000 N la courbe présente un petit saut qui correspond à la remise en contact correcte entre l'extensomètre et l'échantillon). Si l'on retire ces deux échantillons qui se détachent très visiblement des autres sur la courbe force-déflexion de la Figure 3.5 on obtient :

$$\square \bar{E}_f = 10,3 \pm 1,5 \text{ GPa}$$

$$\square \bar{\sigma}_f = 88,2 \pm 5,6 \text{ MPa}$$

Ces valeurs sont nettement plus en accord avec ce qui est prédit par la littérature ($E_f = 9-9.5$ GPa, $\sigma_f = 54-76$ MPa), même si elles restent toujours un peu élevées (ce qui peut être expliqué en partie par la densité particulièrement élevée des échantillons).

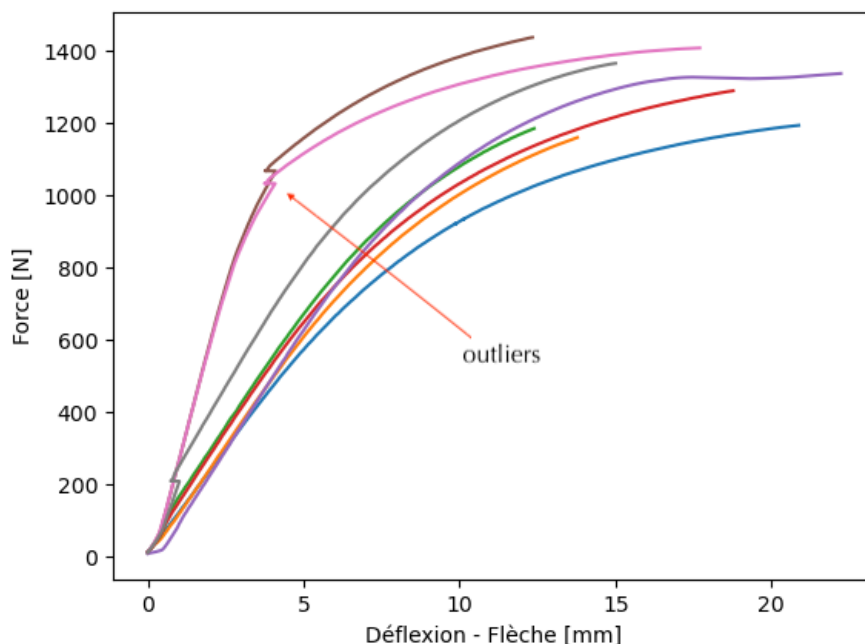


FIGURE 3.5 – Courbe de force-déflexion pour les essais de flexion sur le bois brut.

Dureté

La dureté a été testée pour différents échantillons de bois brut à la fois dans le sens longitudinal des fibres et dans le sens transversal (dans la direction radiale). Les résultats sont visibles à la Figure 3.6. On y voit que la dureté longitudinale est supérieure à la dureté transversale, mais pas tout à fait d'un facteur deux comme prévu par la littérature. Les valeurs de dureté ne peuvent pas être comparées directement avec celles du Tableau 1.1, car elles sont exprimées dans des unités différentes, mais il est possible d'observer leur évolution entre l'état brut et densifié. La variabilité est assez faible dans le cas longitudinal et un peu plus importante et très constante dans le cas transversal. Sur les trois échantillons, on obtient $H_{moy,l} = 4,3 \pm 0,4$ MPa et $HV_{moy,t} = 2,7 \pm 0,5$ MPa.

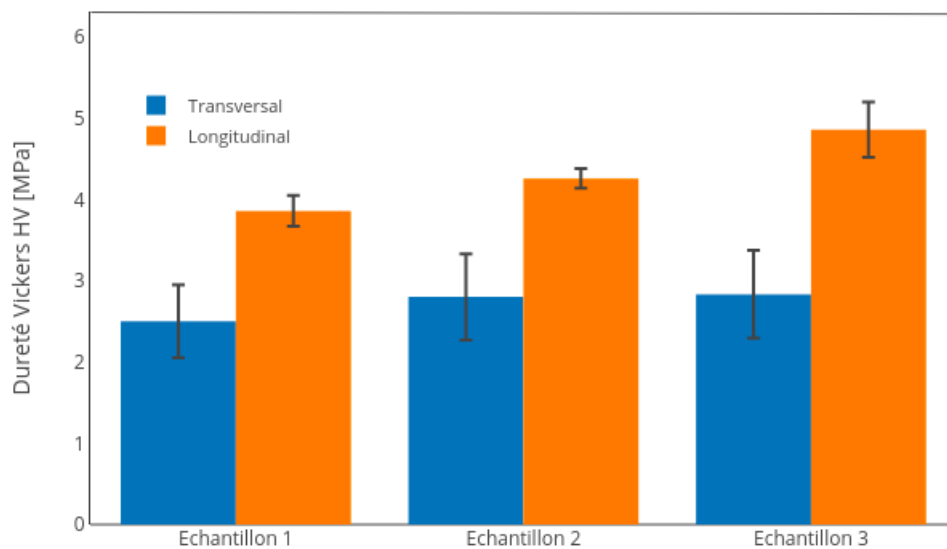


FIGURE 3.6 – Dureté longitudinale et transversale de différents échantillons de bois brut.

La Figure 3.7 illustre une vue microscopique des indents pour un essai de dureté longitudinal, à la fois pour un échantillon de bois brut et de bois densifié. On voit très clairement les vaisseaux conducteurs entourés de fibres dans le bois brut alors que toute la structure cellulaire est complètement écrasée dans le cas du bois densifié (la direction de densification est indiquée à l'aide de la flèche jaune). Des vaisseaux écrasés sont visibles, mais il est plus compliqué d'observer l'écrasement des fibres.

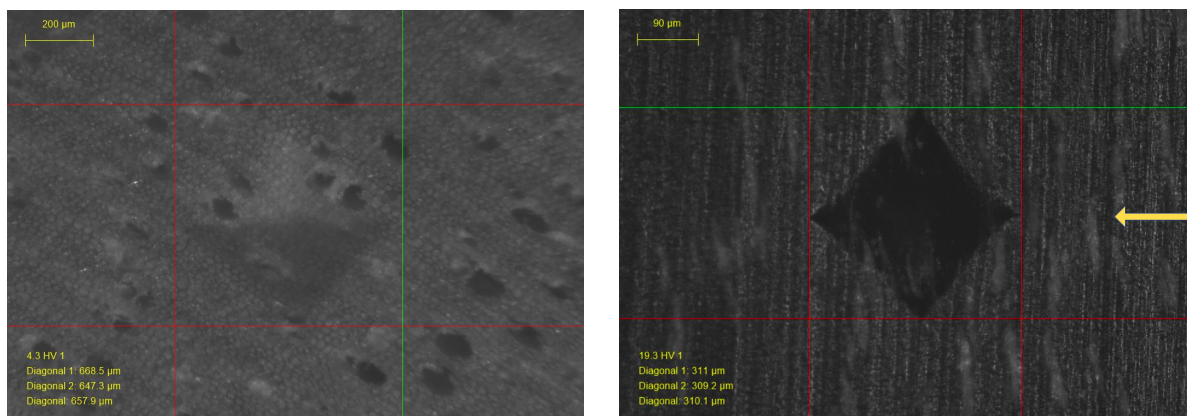


FIGURE 3.7 – Vue microscopique des indents lors d’un essai de dureté longitudinale pour un échantillon de bois brut (gauche) et de bois densifié (droite).

Pour l’ensemble des propriétés mécaniques testées sur le bois brut, les valeurs sont tout à fait cohérentes avec ce qui est prédit par la littérature, mais sont globalement légèrement supérieures à celles-ci. Cela s’explique par la densité initiale significativement plus importante que celle prévue pour le peuplier.

3.1.2 Analyse thermique

Cette section regroupe les résultats des expériences des différentes techniques d’analyse thermique et thermomécanique par analyse thermogravimétrique (*TGA*), analyse mécanique dynamique (*DMA*) et calorimétrie différentielle à balayage (*DSC*).

TGA

La Figure 3.8 présente l’évolution du pourcentage de perte en poids en fonction de l’augmentation linéaire de la température entre 30 et 500 °C à une vitesse de 10 K/min. Le second graphe présent sur l’image est la mesure DTG qui correspond à la dérivée du signal TGA et donne une idée de la température à laquelle la cinétique de dégradation est maximale. On voit sur le graphe TGA, une première perte de masse entre 30 et 120 °C qui correspond à l’évaporation de l’eau contenue dans l’échantillon. La perte de masse est de 0.57 mg, soit 4.97% de la masse initiale, ce qui est légèrement inférieur à l’humidité mesurée pour les échantillons bruts. On observe ensuite une région plutôt stable entre 120 et 250 °C durant laquelle la perte de masse n’évolue pas ou très peu. Aux alentours de 250 °C, s’amorce une seconde perte de masse nettement plus importante que la première. Cette température correspond à la température de dégradation de la lignine. À 330 °C, l’entière de l’hémicellulose et une majorité de la lignine se sont dégradées et on voit que la pente s’adoucit un petit peu sur le graphe de la DTG, correspondant à une diminution

de la cinétique de dégradation. Il y a ensuite, comme prévu par la littérature, un pic de dégradation autour de $360\text{ }^{\circ}\text{C}$ qui correspond à la dégradation de la cellulose. En augmentant davantage la température, la perte de masse diminue et atteint quasiment un plateau autour de $500\text{ }^{\circ}\text{C}$, tous les constituants majoritaires du bois sont dégradés et il ne reste pratiquement plus que des cendres ou des extractibles.

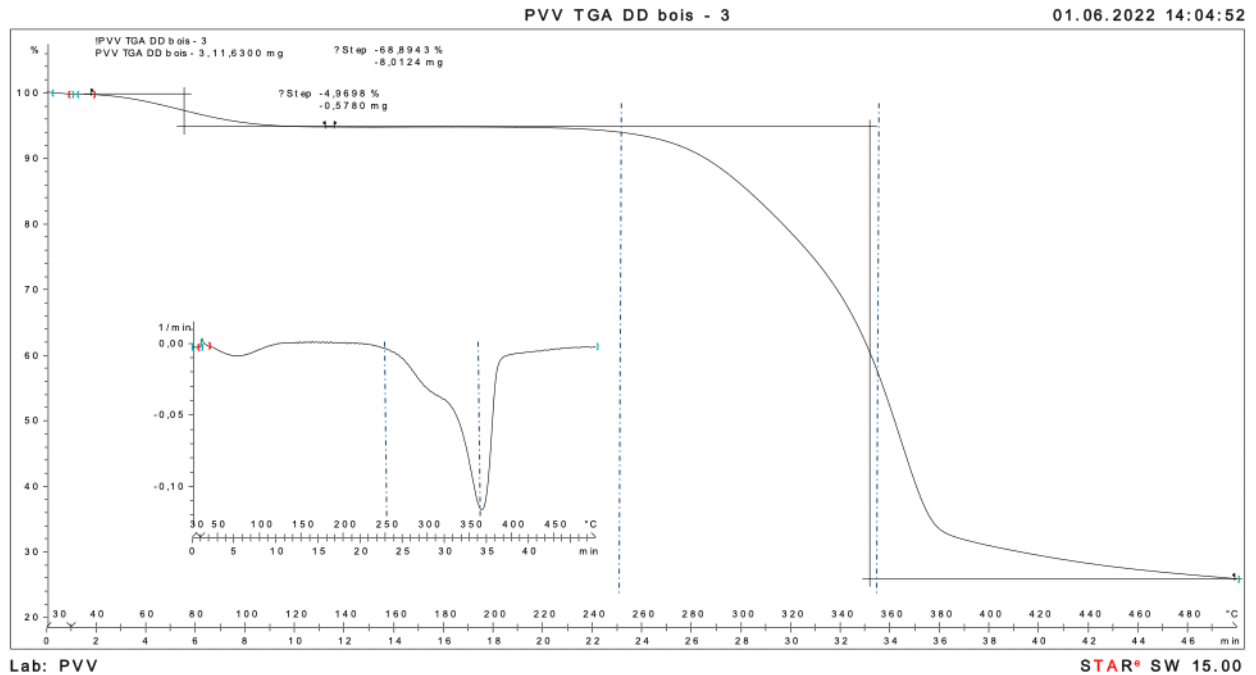


FIGURE 3.8 – TGA - Évolution du pourcentage de perte en poids en fonction de la température et du temps. La dérivée du signal TGA est également représentée en fonction de la température.

La Figure 3.9 présente l'évolution du pourcentage de perte en poids d'un échantillon chauffé à $200\text{ }^{\circ}\text{C}$ pendant une heure. Ces conditions sont en effet les plus extrêmes rencontrées lors du procédé de densification. La température passe de l'ambiante jusqu'à $200\text{ }^{\circ}\text{C}$ en 10 minutes et on observe de nouveau l'évaporation de l'eau contenue dans le bois. La perte de masse enregistrée lors de l'exposition à $200\text{ }^{\circ}\text{C}$ pendant une heure est de 0.22 mg , soit 2.9% de la masse initiale de l'échantillon. Il y a donc bien une dégradation qui a lieu, celle de l'hémicellulose vraisemblablement, mais dans des proportions relativement faibles.

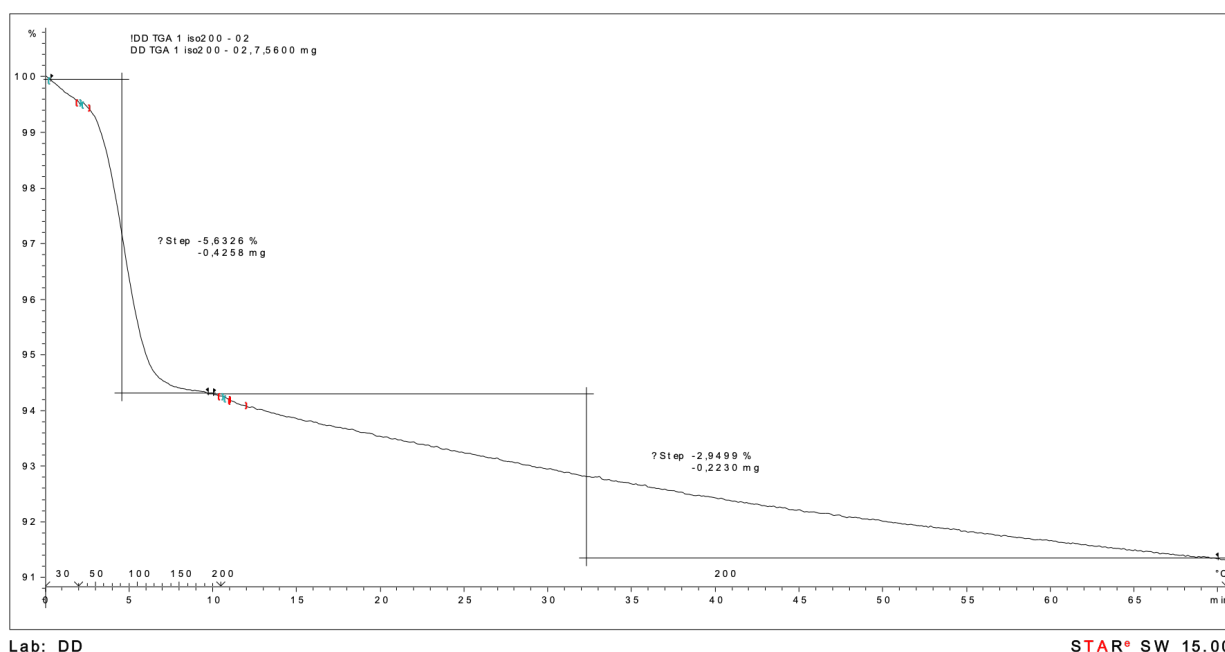


FIGURE 3.9 – TGA - Évolution du pourcentage de perte en poids à 200 °C pendant 1h.

Pour déterminer la température de transition vitreuse T_g du bois utilisé, des analyses par *DMA* et *DSC* ont été effectuées.

DMA

Sur la Figure 3.10 on peut voir une représentation du module de stockage G' et du facteur de perte (G''/G') en fonction de la température. La plage étudiée s'étend de la température ambiante à 220 °C. On observe que le module de stockage diminue de manière continue avec l'augmentation de la température et présente deux points d'inflexions qui l'éloignent d'un comportement totalement linéaire. Ces deux sauts sont nettement plus marqués sur la représentation du facteur de perte et se situent à 90 °C et 170 °C. Ils correspondent respectivement à l'évaporation de l'eau contenue et à la transition vitreuse du bois. On arrive donc à déterminer la T_g des échantillons aux conditions ambiantes. Les conditions de stockage des échantillons testés n'imposent pas d'humidité relative, mais celle-ci varie entre 50 et 75 % en Belgique à cette saison [14]. Une température de transition vitreuse de 170 °C est en accord avec le second graphe de la Figure 1.12 pour des échantillons conservés aux conditions ambiantes.

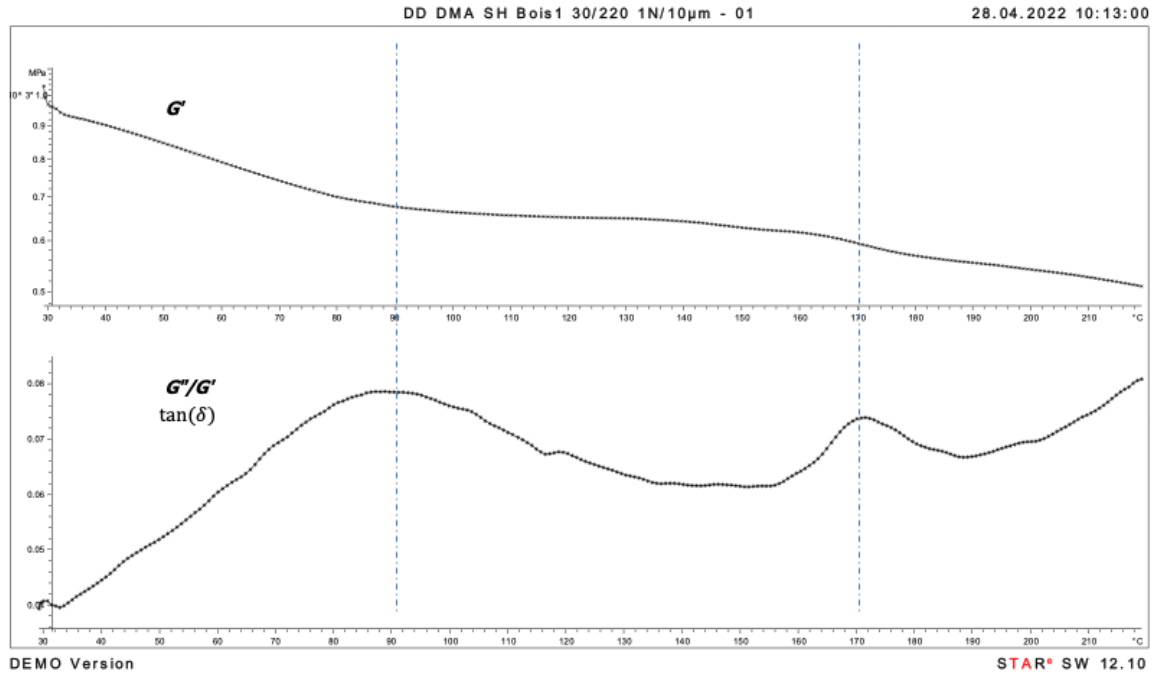


FIGURE 3.10 – DMA - Représentation du module de stockage et du facteur de perte $\tan(\delta)$ en fonction de la température.

DSC

Des essais ont été faits avec l'analyse *DSC* classique et *DSC* haute pression (HPDSC) pour mesurer la température de transition vitreuse d'un échantillon prétraité pour pouvoir quantifier la plastification des polymères du bois. C'est également important pour savoir si les conditions de prétraitement sont suffisantes pour atteindre la T_g .

Sur la Figure 3.11 on peut voir l'évolution du flux de chaleur de l'échantillon en fonction de l'augmentation de la température. La courbe noire, qui est celle de la *DSC* classique (p_{atm}), voit une diminution importante du flux de chaleur entre 90 et 100 °C lors de l'évaporation de l'eau contenue dans le bois. Ceci s'explique par le fait que l'évaporation est un processus endothermique et va donc diminuer le flux de chaleur. On s'attend à ce que la T_g soit inférieure à 170 °C dû à l'effet plastifiant du prétraitement, mais la mesure du flux de chaleur est perturbée jusqu'à 140-150 °C et ne permet donc pas de détecter la T_g . C'est pourquoi on utilise la *HPDSC* (courbe rouge) pour retarder l'évaporation de l'eau sous l'effet de la pression imposée (20 bar). On voit effectivement que l'évaporation est déplacée selon l'abscisse du graphe sans pour autant pouvoir détecter un saut de flux de chaleur aux alentours de 100 °C comme on pourrait s'y attendre. La température de transition vitreuse dans les conditions prétraitées n'a donc pas pu être mesurée.

Pour pouvoir obtenir cette valeur, il faudrait soit augmenter davantage la pression imposée lors de l'analyse *HPDSC* afin de retarder encore plus l'évaporation de l'eau et espérer observer un changement de flux de chaleur, soit effectuer l'analyse *DMA* avec une éprouvette et un mode de sollicitation compatible avec un échantillon prétraité comme la compression par exemple. Cette deuxième solution reste néanmoins compliquée, car l'échantillon prétraité risque de subir un retrait volumique en cours de chauffe, ce qui pourrait fausser la mesure en créant un petit peu de jeu entre les mors d'essais.

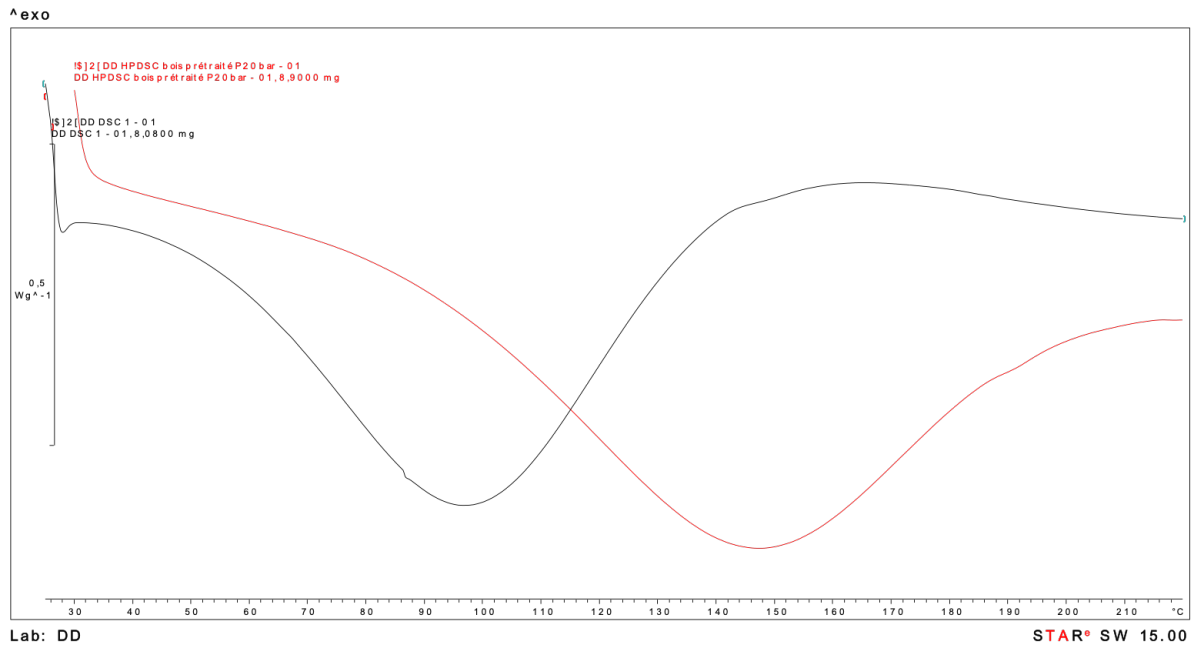


FIGURE 3.11 – DSC - Évolution du flux de chaleur de l'échantillon en fonction de la température. Essai effectué à p_{atm} en noir et à 20 bar en rouge.

En conclusion de cette partie sur l'analyse thermique, les différents essais ont permis de confirmer des résultats présents dans la littérature et de valider qu'ils sont applicables au bois utilisé. L'analyse TGA a pu identifier les températures de dégradation des différents composants du bois qui correspondent très bien à celles prévues sur la Figure 1.4. Elle a aussi montré que les conditions thermiques les plus extrêmes imposées aux échantillons durant le traitement n'occasionnent pas de dégradation excessive. L'analyse DMA a pu mettre en évidence la température de transition vitreuse d'un échantillon aux conditions ambiantes qui est à nouveau en accord avec la littérature, tandis que la DSC n'a pas su le faire pour un échantillon prétraité.

3.2 Prétraitement

Le prétraitement a initialement été effectué de deux manières différentes. D'une part, les échantillons ont été plongés dans l'eau bouillante et de l'autre, ils ont été stockés dans une enceinte climatique à $95\text{ }^{\circ}\text{C}$ et $98\% \text{ HR}$. Dans les deux cas, les échantillons sont maintenus en condition de prétraitement jusqu'à stabilisation de leur masse. Ces conditions sont imposées par les limites de l'enceinte climatique utilisée, mais correspondent aussi à la température de transition vitreuse prédite par la Figure 1.12. Sur la Figure 3.12 on peut voir l'évolution de la densité normalisée d'échantillons ayant été soumis à ces deux prétraitements différents après compression ($R=50\%$, $T=160\text{ }^{\circ}\text{C}$, $V=2\text{ mm/min}$, $D=500\text{ s}$) et post-traitement. On y voit très clairement que le prétraitement à l'eau bouillante ne permet pas de densifier autant que celui en enceinte climatique, mais surtout qu'après le post-traitement appliqué (1h à $160\text{ }^{\circ}\text{C}$) les échantillons correspondants (vert et rouge) perdent une grande partie du résultat de densification obtenu. À l'inverse, les échantillons ayant subi un prétraitement en enceinte climatique (bleu et orange) restent assez stables.

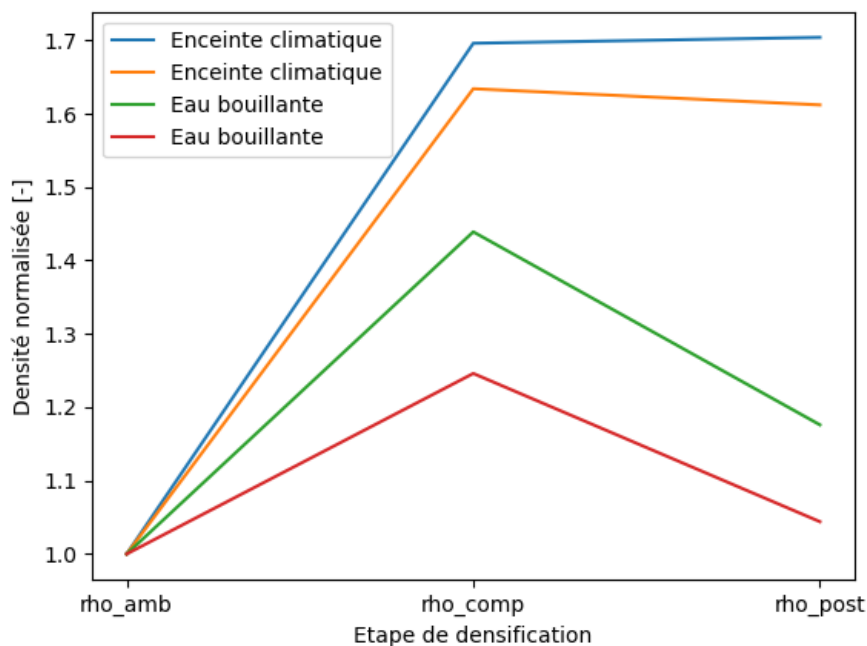


FIGURE 3.12 – Évolution de la densité normalisée en fonction du prétraitement lors des différentes étapes de densification.

La grosse diminution de densité dans le cas des échantillons traités à l'eau bouillante est due à la reprise de forme lors du post-traitement, mais aussi à la désorption de l'eau encore contenue dans l'échantillon densifié. En effet, leur teneur en eau après compression est

encore de 32.5 % en moyenne contre 11.6 % pour le prétraitement en enceinte.

Sur base de ces résultats, le prétraitement en enceinte climatique a été préféré à celui à l'eau bouillante. L'absorption de l'eau lors de ce prétraitement en enceinte peut être modélisé à l'aide des équations 1.6, 1.7 et 1.8. Le résultat de la modélisation confronté aux valeurs expérimentales est visible à la Figure 3.13. On y voit que l'évolution de la masse de l'échantillon lors du prétraitement est très bien prédite par la seconde loi de Fick même s'il est possible de l'améliorer encore un petit peu en ajustant le coefficient de diffusion aux valeurs expérimentales. Une autre observation qui peut être faite est que la teneur en humidité atteinte après presque 6 h de prétraitement à 95 °C et 98 % d'humidité relative est de 21.9% alors que l'*EMC* prédite par l'équation 1.1 est de 27 %. Le taux d'absorption diminue fortement au fil du temps et après 18 h de prétraitement, les échantillons présentent un taux d'humidité de 23.5% en moyenne et ne semblent donc pas atteindre la valeur prédite par l'*EMC*.

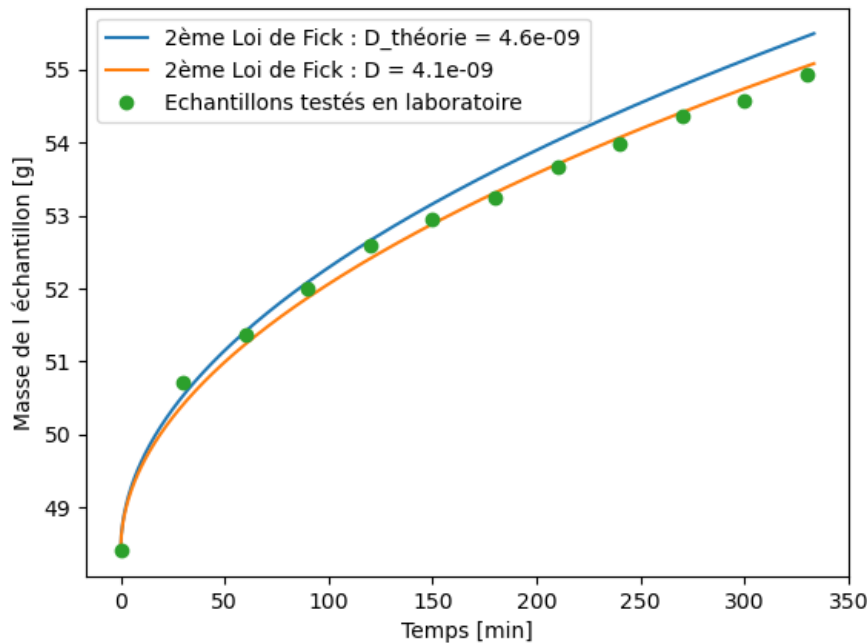


FIGURE 3.13 – Évolution de la masse d'un échantillon traité en enceinte climatique (95°C/98%HR) et sa modélisation par la seconde loi de Fick pour un coefficient de diffusion théorique et de 'fitting'.

L'absorption de l'eau lors du prétraitement à l'eau bouillante ne peut pas être modélisée par les lois de Fick et est dès lors qualifiée de diffusion non-fickienne (voir Annexes). Sur le même intervalle de temps, les échantillons prétraités à l'eau bouillante ont absorbé presque 4 fois plus d'eau que ceux prétraités en enceinte (24.8 g contre 6.5 g).

3.3 Post-traitement

Afin de modéliser l'évolution de la masse d'un échantillon densifié lors du post-traitement, les équations 1.9 et 1.10 ont été utilisées. On peut voir à la Figure 3.14 que l'évolution prédite ne correspond pas à ce qui a été mesuré en laboratoire. En effet, la perte de masse est nettement plus importante que ce qui est prédit par la seconde loi de Fick. L'hypothèse de la dégradation thermique n'est pas plausible, car l'analyse TGA isotherme à 200 °C montre une perte de masse de seulement 3% malgré la température supérieure (voir Figure 3.9). Il faut cependant prendre en compte que contrairement au prétraitement, la diffusion est modifiée par la densification ($R=50\%$, $T=160\text{ °C}$, $V=2\text{ mm/min}$, $D=500\text{ s}$) qui va fortement impacter la manière dont l'eau se déplace au sein de la structure du bois. Une explication pourrait être tout de même liée à la dégradation thermique de l'hémicellulose. La perte de masse plus importante dans la pratique serait alors due non pas à la masse d'hémicellulose s'étant dégradée (du moins pas majoritairement) mais plutôt à la diminution de l'hygroscopicité du bois qui mène à une rétention de l'eau plus faible.

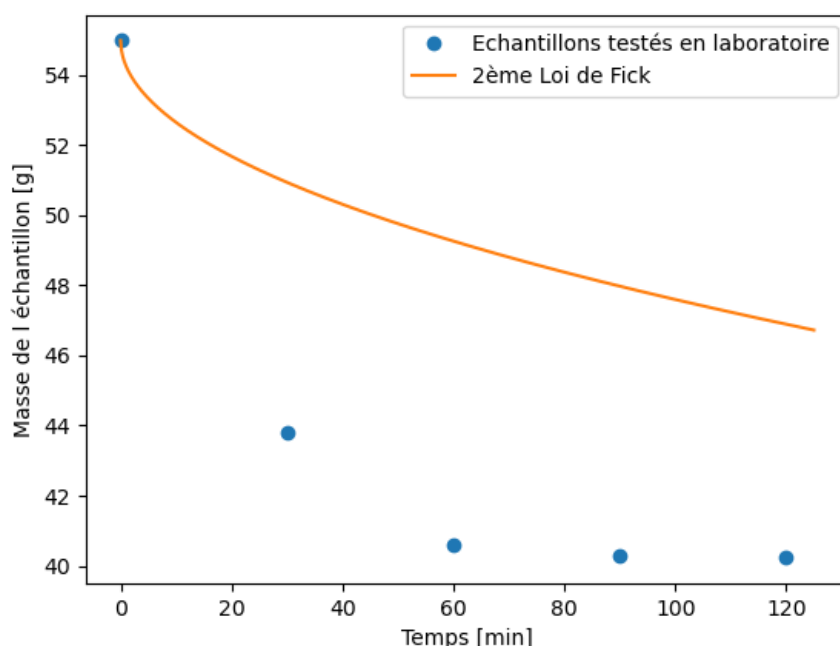


FIGURE 3.14 – Évolution de la masse de l'échantillon lors d'un post-traitement à 180 °C durant 120 min.

3.4 Retour de forme

Pour mesurer le retour de forme après densification, deux échantillons densifiés de manière identique (il s'agit de deux *points au centre*, pour lesquels toutes les variables de densification sont à leur valeur intermédiaire) ont été soumis à un cycle de mouillage. Les résultats de l'évolution de l'épaisseur en fonction du temps sont visibles à la Figure 3.15. L'échantillon immergé dans l'eau lors de l'essai a un retour de forme nettement plus important que celui placé en enceinte climatique.

Sur base de l'équation 2.16, le taux de reprise après le troisième cycle peut être calculé. Pour l'échantillon stocké en enceinte climatique, le taux de reprise est de 7.4 %. Cette valeur est plus à titre indicatif et représente le retour de forme dans des conditions extrêmes que le bois pourrait rencontrer en extérieur lors de diverses applications. Cependant, elle ne peut pas vraiment être comparée à la littérature dans laquelle le taux de reprise se mesure avec des échantillons immergés dans l'eau.

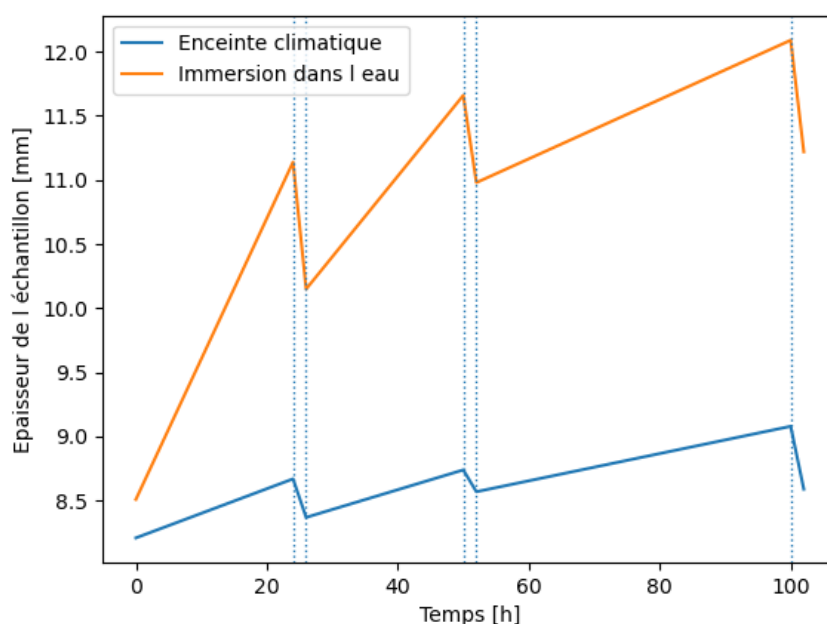


FIGURE 3.15 – Évolution de l'épaisseur d'échantillons soumis à des conditions d'humidités cycliques. L'un est plongé dans l'eau et l'autre stocké en enceinte climatique à $40^{\circ}C$ et 80%*HR*. L'épaisseur avant densification est de 20 mm.

Pour le second échantillon, le taux de reprise est de 31.15 %. On peut voir que ce taux est également quasiment quatre fois supérieur au premier, ce qui suggère un lien direct entre la quantité d'eau absorbée et le retour de forme. Cela confirme le fait qu'en réduisant

l'hygroscopicité du bois par dégradation thermique de l'hémicellulose et donc en diminuant la quantité d'eau absorbée par le bois, le retour de forme est diminué également.

Le taux de reprise obtenu des échantillons immergés dans l'eau peut être comparé aux valeurs obtenues dans la littérature. Pour rappel, les échantillons ont été densifiés à 170 °C, avec un taux de compression de 62.5 % à une vitesse de 2.25 mm/min durant 1150 s. Nicolas Mariotti [42] obtient un retour viscoélastique de près de 40 % pour des échantillons densifiés à 50 % à 180 °C en présence de vapeur. Qilan Fu [31], observe un retour de $30.4 \pm 5.4\%$ pour les mêmes conditions de densification. Les deux expériences observent la valeur de retour de forme après cinq cycles, mais estiment tous deux que la majorité du retour intervient lors des trois premiers cycles. Ces valeurs de retour sont équivalentes ou supérieures à ceux obtenus malgré le fait que la densification a été faite en présence de vapeur, ce qui est censé limiter le retour viscoélastique. Une explication pourrait être que le ratio de compression plus important compense la température plus faible et l'absence de vapeur lors de la densification. La contrainte plus importante imposée peut favoriser la formation de nouvelles liaisons qui renforce la stabilité de l'échantillon et augmente la probabilité de micro-fractures qui relâchent en partie les contraintes internes (au détriment de certaines propriétés mécaniques tel que la résistance à la flexion).

En conclusion de ces trois dernières sections, le prétraitement en enceinte climatique permet de limiter le retour viscoélastique et peut être modélisé à l'aide de la seconde loi de Fick. Le post-traitement et la désorption de l'eau dans le bois ne peut pas être modélisé de cette manière à cause des modifications du bois qui apparaissent lors de la densification. Ces deux étapes n'ont pas été analysées en profondeur et ont été maintenues constantes pour toutes les expériences. La mesure du retour de forme a révélé des valeurs en accord avec la littérature malgré l'absence de vapeur durant le post-traitement.

3.5 Densification

L'objectif premier de ce travail est de mettre au point et d'analyser un procédé de densification de bois à faible densité pour permettre sa valorisation et l'exploitation plus pérenne des forêts belges. Pour ce faire, il faut doter ce bois, initialement moins apte à des applications structurales, de propriétés mécaniques plus intéressantes. Cette section présente donc les résultats de ce procédé de densification avant de les discuter et de l'optimiser pour augmenter autant que possible la valeur ajoutée du bois densifié.

Sur base du plan d'expérience statistique, différentes conditions de traitement ont été imposées lors du procédé de densification pour voir leur influence sur plusieurs réponses, à savoir le module d'élasticité et la contrainte de rupture en flexion ainsi que la dureté moyenne et maximale. Ces réponses sont tabulées ci-dessous dans le Tableau 3.1.

N°	Bloc	(T) [°C]	(R) [%]	(V) [mm/min]	(D) [s]	E_f [GPa]	σ_f [MPa]	H_{moy} [MPa]	H_{max} [MPa]
1	1	140	50	2.25	500	23.4	133.5	11.2	14.5
2	1	170	62.5	4	1800	18.1	165.6	26.1	32.9
3	1	170	62.5	2.25	1150	11.6	131.2	21.3	27.4
4	1	200	75	0.5	500	16.7	115.1	21.5	28.6
5	1	200	50	0.5	1150	14	91.4	16.4	26
6	1	140	75	0.5	1150	13.7	135.8	22.8	27.8
7	1	140	75	4	500	10.9	100	16.7	21.6
8	2	140	50	4	1150	25.1	143.1	11.3	13.3
9	2	170	50	0.5	500	14.2	129.5	10.8	13.4
10	2	170	62.5	2.25	1150	/	/	/	/
11	2	170	62.5	2.25	1150	15.2	168	20.3	30.2
12	2	200	62.5	4	500	16.8	141.8	21.9	28.2
13	2	200	75	0.5	1800	19.2	58.9	22.2	26.5
14	2	200	50	2.25	1800	12.7	113.4	17.9	31.2
15	3	170	50	4	500	18.4	111.4	13.6	17.4
16	3	200	75	4	1150	12	122.6	23.8	28.3
17	3	170	62.5	2.25	1150	13.2	130.9	22.6	31.6
18	3	140	62.5	0.5	500	18.4	154.1	16	22.5
19	3	140	50	0.5	1800	9.3	87.9	16.4	20.9
20	3	140	75	2.25	1800	13.4	127.3	23	27.5
21	3	170	62.5	2.25	1150	/	/	/	/

TABLE 3.1 – Synthèse des réponses E_f , σ_f , H_{moy} et H_{max} pour les différents échantillons en fonction de leurs conditions de densification ($T - R - V - D$).

Avant de procéder à une analyse plus fine grâce aux outils statistiques, on peut déjà remarquer que les duretés moyenne et maximale les plus élevées sont obtenues pour le

même échantillon. Le module d'élasticité et la contrainte à rupture sont maximaux pour des échantillons ayant la même durée de densification, mais dont le procédé reste assez différent mis à part cela. Il est donc très compliqué à première vue de trouver une combinaison de variables qui maximiserait les différentes réponses et c'est tout l'intérêt d'avoir recours à l'analyse statistique pour y voir plus clair. Les valeurs maximales de chaque réponse sont mises en évidence en rouge dans le Tableau 3.1. Deux échantillons n'ont pas été testés (10 - 21) car ils ont été utilisés pour les expériences de reprise de forme. Dans l'idéal, il aurait fallu garder ces échantillons qui apportent plus de puissance au modèle et auraient pu éviter de devoir simplifier les effets très peu significatifs. Cependant, cela n'affecte en rien les conclusions qui ressortent de cette analyse, mais aurait juste pu permettre d'étudier le modèle complet prenant en compte toutes les interactions et effets quadratiques pour certaines réponses.

3.5.1 Module d'élasticité

Les valeurs du module d'élasticité obtenues sont comprises entre 9.3 et 25.1 GPa avec une valeur moyenne de 15.6 GPa. Le coefficient de détermination du modèle R^2 est de 93% tandis que R^2_{aj} vaut 69%. Ces valeurs sont assez bonnes et indiquent qu'une grande majorité des effets sont prédits par le modèle. Une autre manière de s'en assurer est de représenter les valeurs de module obtenues par rapport à celles prédites comme à la Figure 3.16. On y voit que les modules obtenus sont très proches de la bissectrice, ce qui confirme la bonne prévision de ceux-ci par le modèle.

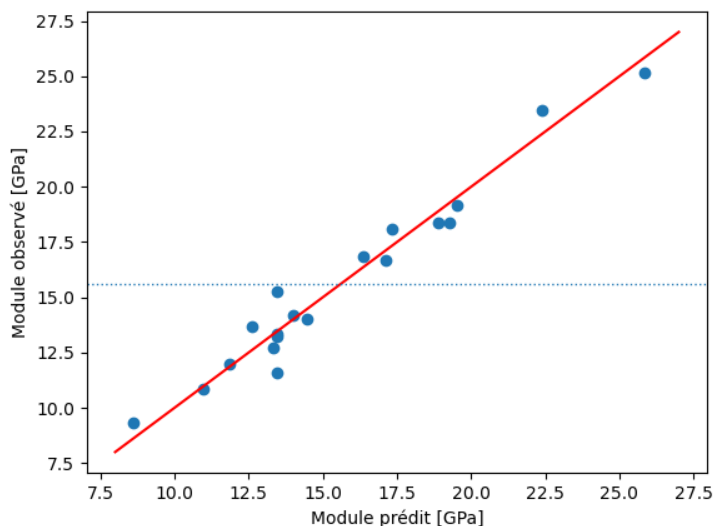


FIGURE 3.16 – Valeurs de module obtenues par rapport à celles prédites par le modèle. Chaque point correspond à une expérience réalisée et la bissectrice est le lieu des points pour lesquels la valeur prédite est égale à la valeur observée.

Dans le Tableau 3.2 sont listés tous les coefficients β estimés ainsi que les p-valeurs associées aux différents termes du modèle de prédiction. La formule de prédiction est obtenue en remplaçant tous les β par les coefficients obtenus et on peut alors obtenir le module pour n'importe quelles conditions de densification (tant qu'elles restent dans le domaine) en remplaçant les variables par leur valeur reportée dans l'intervalle $[-1, 1]$. Un coefficient négatif signifie qu'une augmentation de la variable en question va mener à une diminution de la réponse et inversement. Les équations des formules de prédiction des différentes réponses sont disponibles dans les Annexes.

Pour l'analyse du module, le modèle n'a pas du être simplifié, car cinq effets (marqués en rouge) ont une p-valeur inférieure à 5% et sont donc statistiquement significatifs.

Terme	Estimation des coefficients β	p-valeur
Constante	13.46	0.0002
T	-0.37	0.4744
R	-2.03	0.0159
V	1.38	0.0723
D	-0.39	0.5194
T^2	4.67	0.0210
$T \times R$	1.27	0.0925
R^2	-3.11	0.0682
$T \times V$	-1.93	0.0294
$R \times V$	-2.66	0.0131
V^2	1.18	0.3223
$T \times D$	0.78	0.2980
$R \times D$	2.48	0.0214
$V \times D$	1.65	0.0684
D^2	0.04	0.9621

TABLE 3.2 – Ensemble des coefficients β et des p-valeurs associées à chaque terme du modèle de prédiction du module.

On observe que les effets les plus significatifs sont l'interaction ratio-vitesse ($R \times V$) ainsi que l'effet du ratio de compression (R). La durée par contre ne semble pas avoir un effet très significatif sur la valeur du module d'élasticité et ne présente certainement pas d'effet quadratique avec une p-valeur de plus de 96%. Ces tendances sont très visibles sur la Figure 3.17 qui représente les différentes interactions entre variables et leur effet sur le module. L'absence d'effet quadratique pour la durée y est très visible alors que ceux de la température et du ratio sont plus marqués. Les interactions les plus significatives sont celles pour lesquelles la différence de module entre les courbes bleue et rouge est la plus grande entre la borne inférieure et supérieure du domaine.

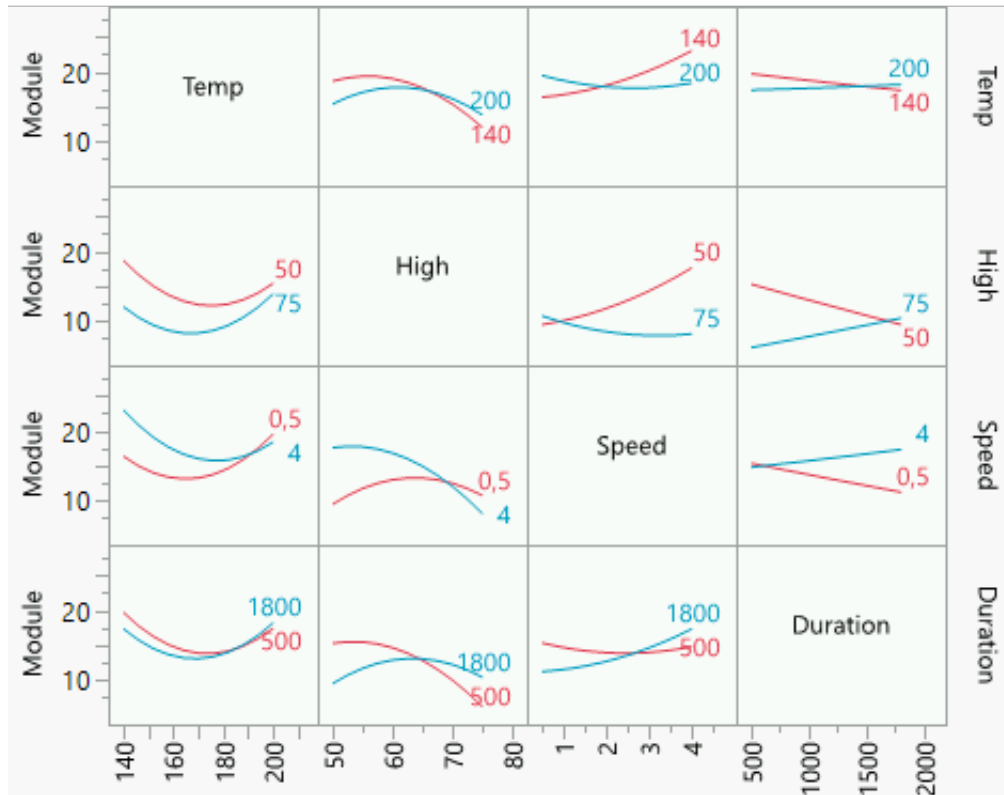


FIGURE 3.17 – Profil d’interaction des différentes variables pour prédire la valeur du module d’élasticité (‘High’ = ‘Ratio’)

3.5.2 Contrainte à rupture

Sur l’ensemble des échantillons testés, la contrainte est comprise entre 58.9 et 168 MPa avec une moyenne de 124.3 MPa. Les différences sont donc très importantes, allant presque du simple au triple. Le coefficient de détermination est de 94% ($R_{aj}^2 = 80\%$) signifiant que le modèle explique la grande majorité des variations de la contrainte. Le graphe représentant les valeurs prédites par rapport à celles observées est visible dans les Annexes.

Lors de l’analyse du modèle complet, aucun effet ne présentait une p-valeur inférieure à 5%. Pour remédier à cela, l’interaction ratio-durée ($R \times D$) qui a une p-valeur de 0.8779 a été retirée du modèle. Cela ne change pas les conclusions de l’analyse, mais permet d’identifier avec plus de précision les effets les plus significatifs sur la contrainte en retirant celui qui l’est le moins. En simplifiant le modèle, deux effets deviennent statistiquement significatifs, la vitesse (V) et l’interaction vitesse-durée ($V \times D$). Cela signifie que pour des durées de compression différentes, la vitesse aura un impact différent sur la contrainte. La température et l’effet quadratique du ratio sont également marqués d’après le Tableau 3.3.

Terme	Estimation du coefficient β	p-valeur
Constante	143.91	<0.0001
T	-8.2	0.1523
R	-2.33	0.638
V	13.58	0.0467
D	-4.31	0.3892
T^2	2.58	0.7852
$T \times R$	-2.96	0.5538
R^2	-17.47	0.1503
$T \times V$	9.77	0.1906
$R \times V$	-5.55	0.3203
V^2	-5.96	0.4852
$T \times D$	-4.45	0.4215
$V \times D$	22.63	0.022
D^2	-6.34	0.4123

TABLE 3.3 – Ensemble des coefficients β et des p-valeurs associées à chaque terme du modèle de prédiction de la contrainte.

Une bonne manière de visualiser deux effets significatifs est d'observer la surface de réponse où la réponse est représentée en fonction de deux variables (voir Figure 3.18). On y voit bien un effet de la vitesse et que pour des vitesses faibles, la contrainte décroît avec la durée alors qu'elle croît pour des vitesses de compression plus importantes. L'effet quadratique du ratio de compression est également fort marqué.

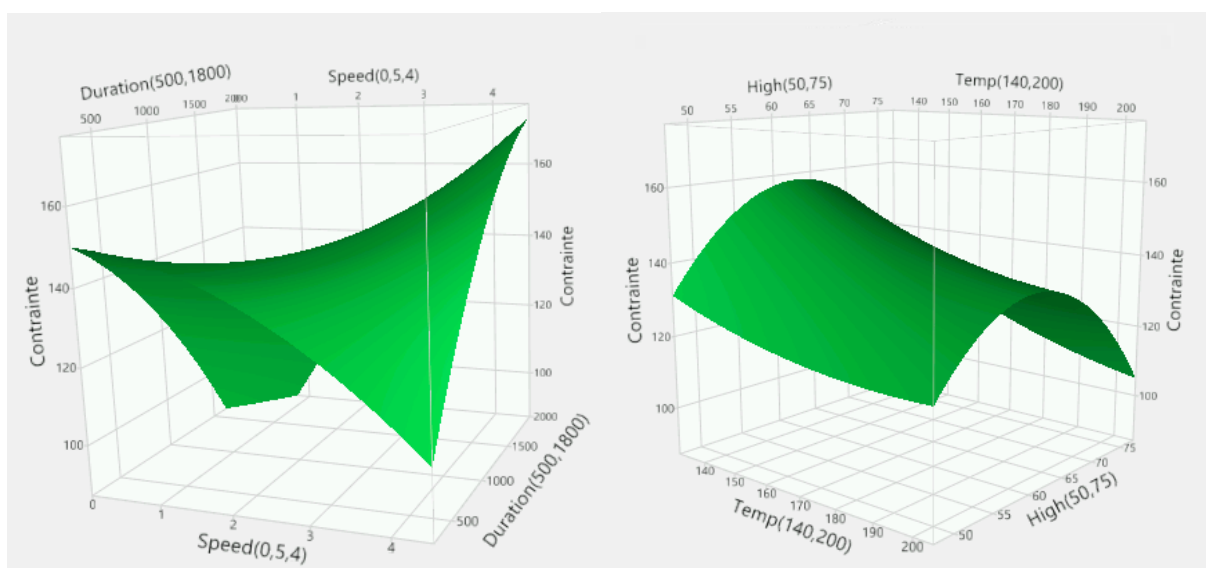


FIGURE 3.18 – Surfaces de réponse représentant la contrainte en fonction de la durée et de la vitesse à gauche et du ratio de compression ('High') et de la température à droite.

3.5.3 Dureté moyenne

La dureté moyenne observée varie entre 10.8 et 26.1 MPa avec une moyenne de 18.7 MPa. Le coefficient de détermination est très élevé tout comme sa valeur ajustée ($R^2 = 98\%$, $R_{aj}^2 = 96\%$). Le graphe représentant les valeurs prédites par rapport à celles observées est visible dans les Annexes.

Le modèle complet pour la dureté moyenne présente déjà deux effets significatifs (R et D), mais les effets quadratiques de la durée et de la vitesse ont tous les deux une p-valeur de 0.9865 et sont donc simplifiés du modèle. Deux nouveaux effets deviennent alors statistiquement significatifs (voir Tableau 3.4), à savoir la température (T) et l'effet quadratique du ratio (R^2). Aucune interaction n'étant statistiquement significative, le graphique les illustrant est représenté en Annexes.

Terme	Estimation du coefficient β	p-valeur
Constante	21.47	<0.0001
T	1.8	0.0047
R	3.22	0.0005
V	0.48	0.2029
D	2.49	0.0013
T^2	-0.43	0.5783
$T \times R$	-0.41	0.2921
R^2	-2.7	0.0186
$T \times V$	1.17	0.0518
$R \times V$	-0.52	0.2282
$T \times D$	-0.85	0.0851
$R \times D$	-0.13	0.7598
$V \times D$	0.06	0.8753

TABLE 3.4 – Ensemble des coefficients β et des p-valeurs associées à chaque terme du modèle de prédiction de la dureté moyenne.

3.5.4 Dureté maximale

La dureté maximale est comprise entre 13.3 et 32.9 MPa avec une moyenne de 24.7 MPa. Cette réponse n'a finalement pas été analysée ni utilisée pour l'optimisation des conditions de densification. La mesure de la dureté moyenne (basée sur neuf indentations d'un échantillon) permet d'avoir une réponse plus représentative des propriétés de l'échantillon testé que la dureté maximale. Celle-ci est trop influencée par les défauts de la microstructure ou d'un éventuel endommagement et ne permet pas (ou nettement moins bien que les autres réponses) de tirer des conclusions sur le procédé de densification.

3.5.5 Optimisation du procédé de densification

Le procédé de densification est optimisé en maximisant la fonction de désirabilité de chaque réponse. Ce faisant, il est possible d'obtenir les conditions de densifications qui vont maximiser les différentes réponses. Le module d'élasticité avec le modèle complet ainsi que la contrainte de rupture et la dureté moyenne avec le modèle simplifié ont été donc été optimisés sur base de cette méthode. Il est également possible d'attribuer un poids à chaque fonction de désirabilité en fonction de l'importance accordée à la réponse associée. Le Tableau 3.5 présente les réponses pour trois pondérations différentes :

Pondération	Module E_f [GPa]	Contrainte σ_f [MPa]	Dureté $H_{moy,l}$ [MPa]	Désirabilité globale
1-1-1	23.57	169.04	21.92	0.87
2-2-1	23.98	169.31	21.45	0.85
4-4-1	24.17	169.16	21.12	0.86

TABLE 3.5 – Réponses de l'analyse d'optimisation en fonction de trois pondérations différentes des fonctions de désirabilité.

En augmentant la pondération du module et de la contrainte, le module croit chaque fois alors que la contrainte diminue si la pondération devient trop importante. La dureté ne fait que décroître à chaque fois alors que la désirabilité globale reste relativement constante. Sur base de ces résultats, le meilleur compromis semble être la pondération pour laquelle le module et la contrainte ont deux fois plus de poids que la dureté (2-2-1). Les conditions de densification et leur influence sur les différentes réponses sont visibles à la Figure 3.19.

La température associée aux conditions de densification optimales est de **140°C** soit la borne inférieure de son domaine. Une augmentation de température n'affecte que très peu la contrainte, mais va diminuer fortement le module pour lequel la température a un effet quadratique. Cela entraîne également une augmentation nette de la dureté qui est toutefois compensée par l'effet négatif sur le module.

Le ratio de compression optimal est de **60.62%**. Cette valeur correspond à un optimum pour la contrainte. Une diminution du ratio est légèrement favorable au module, mais diminue fortement la dureté, tandis qu'une augmentation engendre une chute importante du module et une croissance modérée de la dureté (voir Figure 3.19).

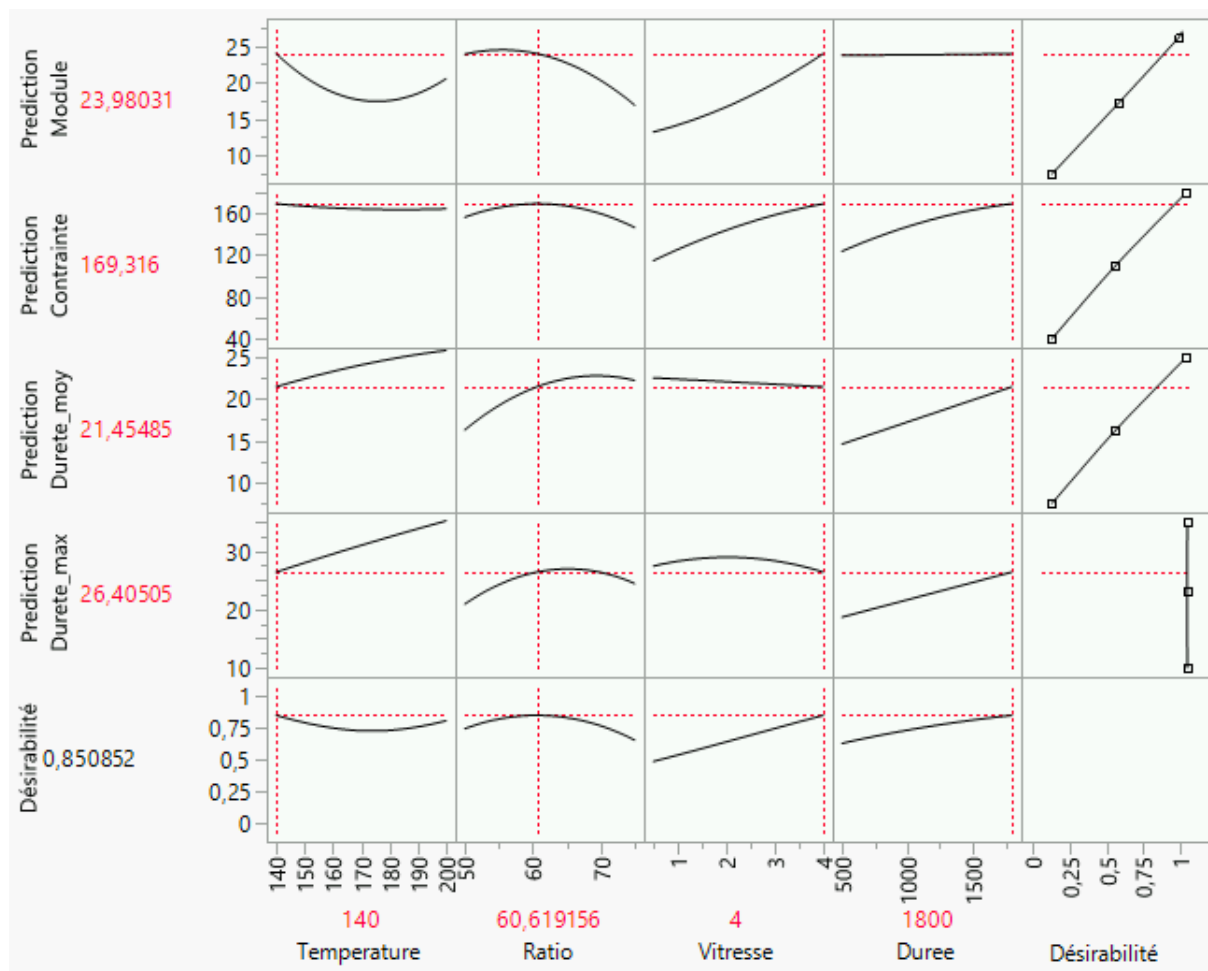


FIGURE 3.19 – Influence des conditions de densification sur les différentes réponses et sur la désirabilité pour la pondération 2-2-1.

La vitesse de compression optimale est de **4 mm/min** ce qui correspond à la borne supérieure de son domaine. Une diminution de la vitesse mène à une forte diminution du module et de la contrainte alors que la dureté augmente légèrement.

Enfin, la durée de compression de ce procédé est de **1800 s**. Si la durée diminue, la contrainte et la dureté vont diminuer également alors que le module reste inchangé.

Trois variables sont donc situées à une borne de leur domaine, la température à la borne inférieure et la vitesse et la durée à la borne supérieure. Il est donc important de préciser que ce procédé de densification n'est optimisé que sur les domaines considérés et qu'on ne peut pas prédire ce qu'il se passe en dehors. Ces conditions correspondent donc au meilleur compromis entre les variables sur les plages considérées et pour les conditions de prétraitement et de post-traitement imposées. Cependant, on peut considérer que les tendances et effets d'interactions mis en lumière par cette analyse peuvent également être valables pour d'autres procédés similaires.

3.5.6 Synthèse et discussion

Cette section présente une synthèse des différents résultats obtenus lors de l'analyse statistique ainsi qu'une discussion de ceux-ci. Les propriétés mécaniques obtenues pour le procédé optimal sont comparées à celles de la littérature ou d'autres essences de bois. Il faut noter que l'expérience en question n'a pas été effectuée et que malgré la précision de la prédiction du modèle, une légère variabilité expérimentale est à prévoir pour ces propriétés mécaniques.

Module d'élasticité

La valeur maximale qu'aurait pu atteindre le module en ne maximisant que sa fonction de désirabilité est de 29.5 GPa. Cela est obtenu lorsque la température, le ratio et la durée sont à la borne inférieure de leur domaine et la vitesse à la borne supérieure. Cela se fait alors au détriment des deux autres réponses qui subissent les conditions d'optimisation du module : $\sigma_f = 80.3$ MPa et $H_{moy,l} = 6.5$ MPa. La température a un effet négatif sur le module dû à la dégradation thermique des composants du bois. Une augmentation du ratio de compression fait chuter la valeur du module de manière très importante (le ratio et ses interactions sont les effets les plus significatifs pour le module) probablement dû à l'écrasement excessif des parois cellulaires et l'apparition de micro-fractures. Une vitesse de compression importante favorise systématiquement le module tandis que la durée de compression n'a pas beaucoup d'impact.

Le module obtenu pour l'optimisation des trois réponses est de 23.98 GPa ce qui correspond à une augmentation de 132% par rapport au bois brut. En comparaison avec la littérature, le module est relativement élevé et même supérieur à certains procédés dont le ratio de compression est fixé à 50 % qui plafonnent entre 18 et 20 GPa. Cela reste cependant nettement moins que certains traitements THM qui peuvent atteindre 35 GPa. Par rapport à d'autres essences de bois, le module est supérieur à tous les bois couramment utilisés en construction comme le pin (12-14 GPa), le Douglas (13-14 GPa) ou le mélèze (14-15 GPa) [21] et fait jeu égal avec les essences tropicales les plus rigides.

Pour observer si le module évolue proportionnellement à la densité, le module spécifique a été calculée pour chaque échantillon et se définit comme suit :

$$E_{spe} = \frac{E}{\rho_{rel}} \quad (3.1)$$

où E_{spe} est le module d'élasticité spécifique [GPa], E le module d'élasticité [GPa] et ρ_{rel} la densité relative qui est le rapport entre la densité de l'échantillon et celle de l'eau prise

comme référence [-].

Le module d'élasticité spécifique du bois brut est de 19.8 GPa et la moyenne de tous les échantillons est de 18.2 GPa. Ces deux valeurs étant très proches, on peut considérer qu'en moyenne l'évolution du module est bien proportionnelle à celle de la densité. La valeur spécifique des trois réponses et la densité pour chaque échantillon est reprise dans le Tableau 3.6.

N°	Masse volumique [kg/m ³]	Module spécifique [GPa]	Contrainte spécifique [MPa]	Durété spécifique [MPa]
1	736.2	31.8	181.3	15.2
2	995.4	18.2	166.4	26.3
3	934.1	12.4	140.5	22.8
4	1013.5	16.5	113.5	21.2
5	864.2	16.2	105.7	18.9
6	1001.4	13.6	135.6	22.8
7	839.9	12.9	119.1	19.9
8	659.4	38.1	217	17.2
9	777	18.2	166.7	13.9
11	979.6	15.6	171.5	20.7
12	846.1	19.9	167.6	25.9
13	1017.4	18.8	57.9	21.8
14	735.2	17.2	154.2	24.4
15	673.1	27.3	165.5	20.2
16	1023	11.7	119.8	23.3
17	945.5	13.9	138.4	23.9
18	972	18.9	158.5	16.5
19	845.9	11	103.9	19.4
20	1067.1	12.5	119.3	21.5
Moyenne	890.8	18.2	142.2	20.8
Valeur initiale	519.1	19.8	169.7	8.3

TABLE 3.6 – Réponses spécifiques et masse volumique pour tous les échantillons densifiés ainsi que leur valeur initiale avant densification.

Contrainte à rupture

La contrainte à rupture est la réponse qui est la plus optimisée par le procédé. La contrainte maximale qu'il est possible d'obtenir sur le domaine n'excède en effet pas 170 MPa et les conditions de densification sont les mêmes que celles du procédé optimisé. Par rapport au bois brut, la contrainte de rupture a pratiquement doublé (augmentation de 92 %). À nouveau, la température ainsi qu'un ratio de compression élevé ont une influence négative

sur la valeur de la contrainte de rupture (dégradation thermique et endommagement de la structure cellulaire du bois). Cependant, le ratio de compression présente un optimum autour de 62%. Une vitesse de compression élevée est à nouveau bénéfique alors que l'effet de la durée est plus marqué que pour le module. Son interaction avec la vitesse est d'ailleurs un des effets les plus significatifs pour la contrainte de rupture.

En comparaison avec d'autres essences, le charme présente également une très bonne résistance à la flexion (160 MPa) mais n'est pas utilisé pour des applications structurales à cause de sa très mauvaise durabilité en conditions extérieures. Les autres essences utilisées en construction ont une contrainte de rupture qui ne dépasse pas 110 MPa.

Dans la littérature, Wehsener et al. [57] obtiennent une augmentation quasiment identique (94%) avec un traitement thermomécanique, mais d'autres procédés parviennent à avoir des contraintes de rupture encore bien supérieures, comme John O'Connor qui atteint 235 MPa [46] et Qilan Fu 215 MPa [31]. Ces deux traitements impliquent la présence de vapeur lors de la densification, ce qui va fortement favoriser la résistance du bois densifié. En effet, des micro-fractures qui peuvent avoir lieu malgré la plastification des composants du bois ou la dégradation thermique vont avoir tendance à diminuer la résistance du bois. La présence de vapeur sous pression va permettre de reformer des liaisons hydrogènes au sein de la structure bois en plus de relâcher les contraintes internes. Ceci va alors mener à une augmentation de la contrainte de rupture, ce que des expériences effectuant la densification avec et sans vapeur montrent clairement [31].

La résistance spécifique a également été calculée de manière analogue à l'équation 3.1 en divisant la contrainte de rupture par la densité relative. La résistance spécifique initiale est de 169.7 MPa tandis que la valeur moyenne après densification est de 142.3 MPa. La différence entre les deux est plus marquée que pour le module spécifique, mais l'ordre de grandeur est toujours très similaire et semble indiquer que l'évolution de la résistance à la flexion se fait de manière proportionnelle à la densité. La contrainte spécifique plus faible après densification peut s'expliquer par les micro-fractures et la dégradation thermique qui surviennent lors du procédé et qui ne sont pas présents dans le bois brut.

Dureté moyenne

La dureté la plus importante atteignable est de 26.6 MPa lorsque la température, la vitesse et la durée sont à leur borne supérieure et le ratio de compression vaut 67 %. Contrairement aux deux premières réponses, la dureté est optimisée pour une température de 200 °C. Une explication à cela peut être qu'avec la dégradation de l'hémicellulose et la diminution de l'hygroscopicité du bois, les échantillons ont moins tendance à absorber l'humidité ambiante, ce qui favorise fortement la dureté. Plusieurs travaux ont cependant observé

que cette tendance s'inversait au-delà de 200 °C, la dégradation thermique étant plus importante que le gain dû à la diminution de l'hygroscopicité [31][42]. Une vitesse et une durée de compression plus faibles vont favoriser la valeur de la dureté alors que le ratio est à nouveau optimisé pour une valeur intermédiaire comme pour la contrainte de rupture.

La dureté du bois après le procédé optimal est de 21.4 MPa ce qui est pratiquement cinq fois plus que la dureté du bois brut. Comme la dureté a été mesurée avec une pointe Vickers dans ce travail et que la littérature présente des résultats en Brinell, il est compliqué de comparer ces différentes valeurs. De plus, il n'existe pas de conversion entre les deux pour des duretés si faibles. Cependant, il est possible d'observer et de comparer l'augmentation de dureté occasionnée par les traitements de densification. La plupart des études de densification qui caractérisent la dureté se focalisent sur des essences plus denses comme l'érable à sucre et observent une augmentation de dureté entre 35 et 50 %. Wehsener et al. [57], étudient le peuplier et obtiennent une dureté Brinell qui passe de 10.3 à 50.2 MPa (en dureté Brinell HB) ce qui est quasiment la même augmentation que celle du traitement optimal de ce travail. Le peuplier utilisé dans leur étude est particulièrement peu dense, ce qui peut expliquer la différence entre cette valeur de dureté initiale et celle retrouvée dans la littérature qui est de l'ordre de 25-30 MPa (HB). On peut dès lors raisonnablement penser que le bois densifié par le procédé optimal atteint des valeurs de dureté Brinell plus importantes que celles du charme (80 MPa) ou des essences utilisées en constructions qui ne dépassent pas 55 MPa pour le mélèze.

À nouveau, la dureté spécifique est calculée en divisant la dureté par la densité relative. Contrairement au module et à la contrainte, la valeur initiale (8.2 MPa) n'est pas similaire à celle après densification (20.8). La dureté spécifique est plus de deux fois plus importante après densification et l'évolution de la dureté semble ne pas être proportionnelle à la densité, mais plutôt à son carré. Cette tendance se confirme au sein des feuillus pour lesquels une densité deux fois supérieure induit en moyenne une dureté quatre fois supérieure comme on peut le voir à la Table 3.7.

Essence de bois	Densité [kg/m ³]	Dureté HB [MPa]
Peuplier deltoïde	350	1350
Aulne Rouge	460	2490
Chêne d'Amérique	740	5920
Noyer Blanc	820	9580

TABLE 3.7 – Mise en évidence de l'évolution de la dureté avec le carré de la densité avec différentes essences de feuillus [23].

La dureté transversale a également été mesurée pour différents échantillons et les résultats

sont visibles à la Figure 3.20. Mis à part pour l'échantillon 16, les duretés transversales et longitudinales sont plus ou moins identiques, ce qui n'était pas le cas pour les échantillons bruts.

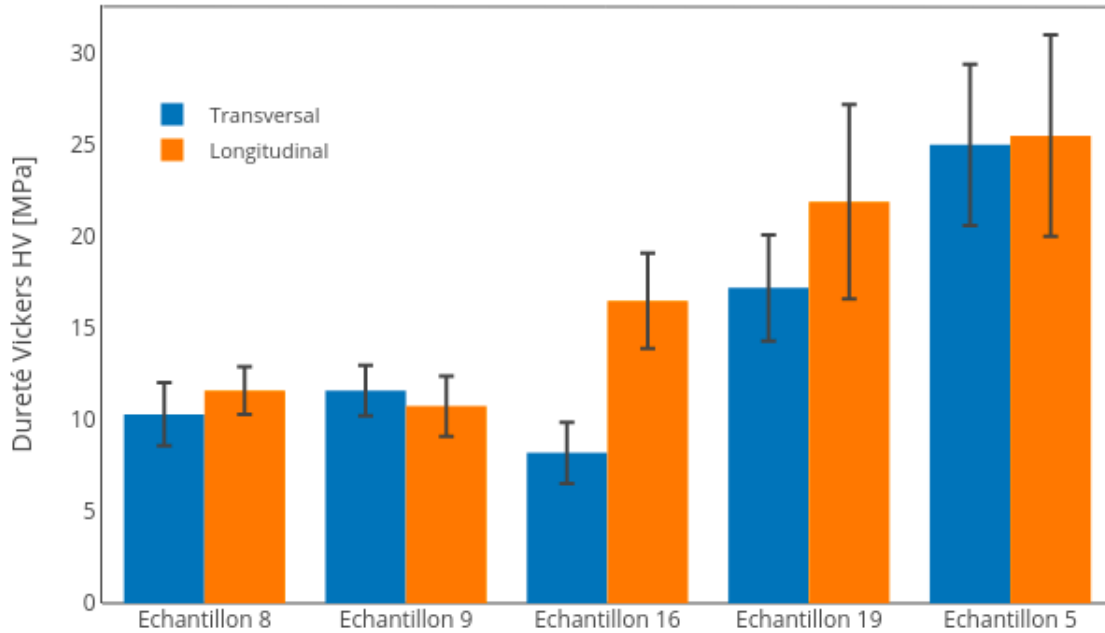


FIGURE 3.20 – Dureté longitudinale et transversale de différents échantillons de bois densifié.

Une dernière observation qui peut être faite après la densification, est que la dispersion des résultats a fortement diminué pour les mesures de module d'élasticité et de contrainte de rupture. Le Tableau 3.8 présente la valeur moyenne des différentes réponses avec un écart-type pour les échantillons bruts et densifiés. Les échantillons densifiés sont les *points au centre* qui sont les seuls échantillons pour lesquelles les mêmes conditions de densification ont été répétées. Cette tendance est moins marquée pour la dureté, mais celle-ci peut comprendre des mesures locales parfois très éloignées de la moyenne. Une diminution de la dispersion pour les résultats densifiés signifie que les expériences sont très reproductibles avec peu de variabilité, et ce, malgré la variabilité naturelle du bois.

	E_f [GPa]	σ_f [MPa]	$H_{moy,l}$ [MPa]
Bois brut	10.3 ± 1.5	88.2 ± 5.6	4.3 ± 0.4
Bois densifié	12.4 ± 0.8	131 ± 0.1	21.9 ± 0.6

TABLE 3.8 – Évolution de la variabilité des propriétés mécaniques entre le bois brut et densifié.

Chapitre 4

Pistes de continuation du travail

Pour répondre au mieux à la problématique qui est à l'origine de ce travail, il faut que le procédé de densification mis au point soit réalisable à grande échelle en industrie. En effet, il est essentiel que le bois peu dense issu d'exploitations forestières durables et résilientes puisse être densifié à moindre coût et en minimisant la consommation énergétique du traitement THM. Le procédé présenté dans ce travail ne répond malheureusement pas encore à ces exigences, mais cette section présente quelques pistes et idées d'améliorations pour tendre vers cela pour un futur travail.

Le procédé doit être réalisé le plus rapidement possible tout en conservant la qualité du produit final. Il faut également qu'il se déroule en continu et soit adapté pour des échantillons de grandes tailles. Actuellement, le procédé optimal nécessite 33 minutes pour la densification d'un échantillon de $250 \times 20 \times 20$ mm (durée de pré- et post-traitement non comprise). Le procédé n'est pas fait en continu et n'est réalisé que pour un échantillon à la fois.

Pour améliorer la productivité du traitement, une solution pourrait être l'utilisation d'une machine de compression munie d'un plateau de compression nettement plus grand pour pouvoir accueillir des échantillons de plus grande taille (voire d'en densifier plus de un à la fois). L'utilisation de vapeur pendant le traitement, permet également de réduire le temps de densification et de post-traitement pour l'obtention de produits ayant une bonne stabilité dimensionnelle [42]. Dans le cas d'un post-traitement thermique, il pourrait être intéressant de quantifier la diminution de l'hygroscopicité du bois sous l'action de la chaleur pour optimiser la durée du post-traitement. Enfin, l'influence de la durée du prétraitement n'a pas été discutée dans ce travail, mais mériterait une analyse plus profonde pour optimiser le procédé dans sa globalité.

Une autre solution pour tendre vers un procédé plus apte à l'industrialisation serait de

changer la technique de densification en passant de la compression au laminage du bois. Cette technique est très peu étudiée dans la littérature, mais présente plusieurs avantages. En effet, l'utilisation du laminage permettrait de mettre au point un procédé rapide et continu qui prend en charge des échantillons de grandes dimensions. La densification se fait alors par passes successives où la taille des passes est diminuée progressivement jusqu'à l'obtention du ratio de compression désiré. En plus de la hauteur, la vitesse de passe peut également être commandée et la température pourrait être imposée avec l'utilisation d'un laminoir à chaud.

Dans le cadre de ce travail, un essai de densification par laminage a été effectué avec un laminoir à froid en IMAP pour observer certaines tendances et éventuellement transposer certaines conclusions de la densification par compression à celle par laminage. La Figure 4.1 montre l'évolution de la densité normalisée d'échantillons ayant été prétraités soit en enceinte climatique (95 °C et 98 % HR) ou par immersion dans l'eau bouillante. La densité a été mesurée pour l'échantillon sec, aux conditions ambiantes et après la densification par laminage et un post-traitement durant lequel le bois est resté environ 16h à 210 °C.

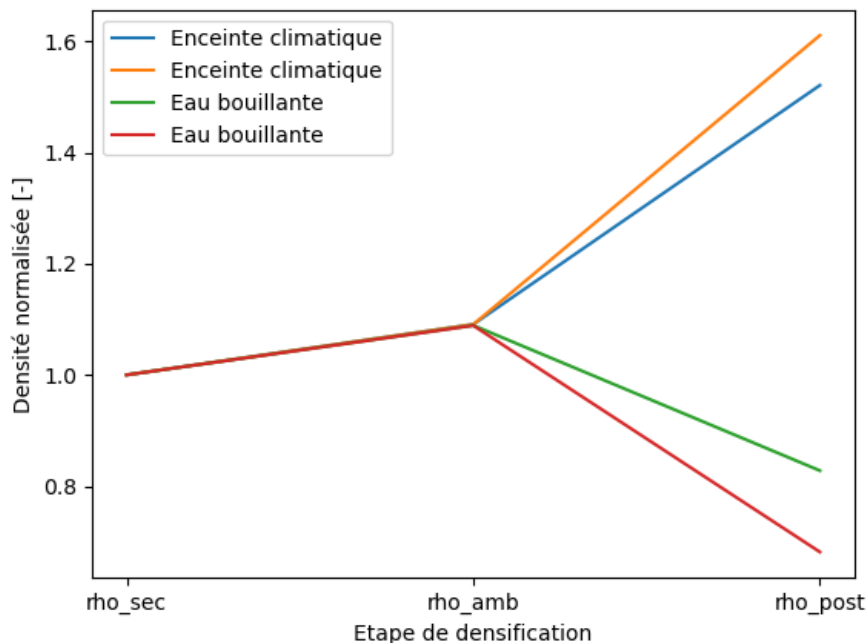


FIGURE 4.1 – Évolution de la densité normalisée en fonction des étapes de densification pour des échantillons prétraités en enceinte climatique et par immersion dans l'eau bouillante. La densification est obtenue par laminage du bois.

On y voit que, comme pour la densification par compression, les échantillons prétraités en enceinte climatique sont nettement plus denses après le post-traitement que ceux traités

à l'eau bouillante. Il faut toutefois nuancer les valeurs de la densité normalisée, car les échantillons ont été biseautés pour faciliter leur entrée dans le laminoir. Une petite perte de masse provient donc du biseau et peut expliquer la diminution de densité pour les échantillons traités en eau bouillante par rapport à la valeur initiale. En appliquant des tailles de passe moins importantes, il est probablement possible de se passer du biseau. La température et la durée de post-traitement peut également expliquer une bonne partie de la perte de masse, car la dégradation thermique à cette température pendant une période aussi prolongée n'est pas négligeable (la perte de masse à 200 °C pendant 1h est de 3 %) et les échantillons sont d'ailleurs ressortis noirs avec une forte odeur de l'étuve. En prenant en compte ces deux effets qui participent à la diminution de la masse des échantillons, la densité obtenue après le laminage pour des échantillons prétraités en enceinte climatique est au moins du même ordre que ce qui a été obtenu par compression (voir Figure 3.12). Le laminage pourrait donc constituer une vraie alternative à la compression pour développer un procédé de densification adapté à l'industrialisation.

Exemple de banc de laminage

Sur base des conditions de densification du traitement de compression optimal, il est possible d'imaginer un banc de laminage simplifié. Au laboratoire, il est possible de modifier la taille de passe entre les différents essais de laminage. Mais en industrie, on utilise plutôt des bancs de laminage où l'échantillon passe au travers de différents rouleaux dont la taille de passe est définie et constante. En gardant la même taille d'échantillon que pour ce travail ($250 \times 20 \times 20$ mm), le ratio de densification optimal diminue la hauteur de 20 mm à 8 mm. Lors des essais de laminage effectués, il était compliqué de diminuer l'épaisseur de l'échantillon de plus de 5 mm par passe. Trois passes successives de 4 mm sont donc nécessaires pour atteindre le ratio de densification optimal. Pendant le laminage, la densification se fait plus localement sur l'échantillon et de manière plus immédiate que lors de la compression. Cependant, en gardant la vitesse de densification du traitement optimal comme référence, il est possible de calculer la vitesse du banc de laminage. En considérant que les rouleaux de laminage ont un rayon de 15 cm et qu'ils sont séparés de 50 cm, le bois doit progresser à une vitesse de 0.01 m/s ce qui correspond à une vitesse de rotation de 0.7 tr/min. La température peut être imposée durant le procédé soit en chauffant les rouleaux de laminage, soit en effectuant tout le traitement dans une enceinte à température contrôlable. La seconde option est plus compliquée à mettre en place techniquement, mais permettrait un contrôle de l'humidité lors de la densification. Un schéma du banc de laminage est visible à la Figure 4.2.

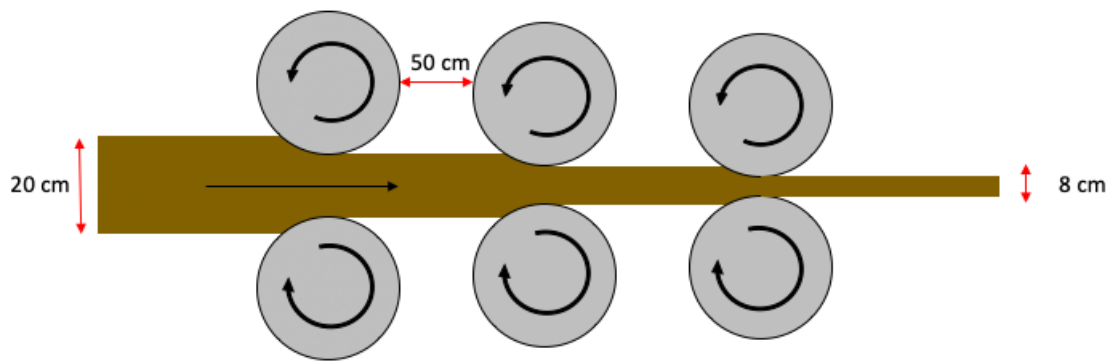


FIGURE 4.2 – Exemple de banc de laminage simplifié basé sur les conditions de densification du traitement optimal (le schéma n'est pas à l'échelle).

On ne peut évidemment pas transposer les conclusions du procédé de compression au laminage telles quelles mais cela permet d'avoir un rapide aperçu des différences entre les deux procédés. Pour des échantillons de plus grandes dimensions, beaucoup de passes seraient nécessaires pour atteindre un grand ratio de compression, ce qui peut devenir contraignant technologiquement ou économiquement.

Chapitre 5

Conclusion

L'objectif de ce travail était d'augmenter les propriétés mécaniques du peuplier commun au travers d'un procédé de densification thermomécanique. Cette démarche s'inscrit dans un contexte plus global qui étudie la valorisation de bois à faible densité pour pouvoir repenser l'exploitation des forêts belges. Celles-ci sont actuellement très homogènes et régies par les monocultures de bois dense, ce qui affecte fortement leur résilience.

Pour ce faire, l'État de l'art présente une synthèse non exhaustive des connaissances scientifiques sur la structure du bois et ses composants, l'interaction entre l'eau et le bois ainsi que des propriétés et utilisations actuelles du peuplier. Différentes techniques de densification qui ont été étudiées dans les décennies écoulées sont ensuite détaillées après une explication des grandes étapes du procédé thermo-hygro-mécanique. Une seconde partie explique le matériel ainsi que les méthodes employées pour mesurer les propriétés mécaniques aussi bien du bois brut que densifié et leur analyse par la méthode des surfaces de réponses. Enfin, l'ensemble des résultats sont présentés et discutés avec une attention particulière pour l'étape de densification. Celle-ci est optimisée pour déterminer les variables qui vont mener aux meilleures propriétés mécaniques pour le bois une fois le traitement effectué.

Les propriétés mécaniques mesurées sur le peuplier utilisé pour cette étude sont en moyenne légèrement supérieures à celles qui sont prévues par la littérature. Cela s'explique par une densité initiale légèrement plus importante pour notre essence. La température de transition vitreuse du bois stocké aux conditions ambiantes en intérieur a pu être déterminée contrairement à celle d'échantillons prétraités pour laquelle il est nettement plus difficile de faire des mesures lisibles. Après avoir essayé deux techniques de prétraitement différentes, celle consistant à stocker les échantillons dans une enceinte climatique plutôt que de les immerger dans l'eau bouillante a été préférée pour sa meilleure stabilité dimensionnelle. Le

retour de forme a également été évalué et démontre des résultats semblables à la littérature.

L'analyse et l'optimisation de la phase de densification ont permis de mettre en évidence l'influence de certaines variables ainsi qu'un procédé qui maximise le module d'élasticité, la contrainte de rupture et la dureté de l'échantillon densifié. L'étape de densification se déroule alors à **140 °C** où l'échantillon se fait densifier avec un ratio de compression de **60.6 %** à une vitesse de **4 mm/min** et pendant **1800 s**. L'objectif d'amener de la valeur ajoutée à un bois de faible densité pour le rendre économiquement plus intéressant et exploitable est alors pleinement atteint. En effet, les propriétés mécaniques du bois densifiés sont largement supérieures et celles du bois brut et même à celles des autres essences utilisées en construction. Le module d'élasticité atteint 24 GPa ce qui constitue une augmentation de 132 % par rapport au bois brut, la contrainte de rupture est de 169 MPa (+ 92 %) tandis que la dureté dans le sens des fibres est pratiquement quintuplée et atteint 21.4 MPa.

D'autres enseignements ont pu être tirés sur l'influence des variables de densification et de la densité sur les propriétés mécaniques. Le module d'élasticité et la contrainte de rupture sont proportionnels à la densité tandis que la dureté semble plutôt être proportionnelle à son carré. Une température élevée tend à dégrader fortement les propriétés mécaniques, mais favorise tout de même la dureté jusqu'à 200 °C. Une vitesse de compression importante entraîne des meilleures propriétés pour les trois réponses, alors que qu'une durée de compression plus longue favorise la dureté et la contrainte de rupture, mais n'a que peu d'influence sur le module. Le ratio de compression présente un maximum aux alentours de 60 % pour la dureté et la contrainte de rupture alors qu'un ratio plus faible est favorable au module.

Après la clôture de ce mémoire, ce travail a pour vocation d'être continué et approfondi dans les mois et années à venir. Beaucoup d'aspects méritent d'être détaillés davantage ou explorés. L'étape de densification ayant fait l'objet d'une analyse plus poussée, il serait intéressant d'optimiser les phases de pré- et post-traitement et d'observer l'influence de la présence de vapeur pour la densification et le post-traitement. Un autre point d'attention devrait être la minimisation du retour de forme tout en conservant les bonnes propriétés mécaniques obtenues lors de la densification. Enfin, il faut que le procédé de densification soit industriellement viable pour pouvoir constituer une véritable solution à la manière actuelle d'exploiter nos forêts. Pour ce faire, il faudrait que le procédé puisse avoir lieu en continu, le plus rapidement possible et qu'il prenne en charge des échantillons de dimensions suffisantes pour des applications structurales. La densification par laminage pourrait être prometteuse et très intéressante dans ce sens, mais ne fait pas encore l'objet de beaucoup d'études actuellement.

Annexes

Cette section présente différents graphes, schémas, équations ou résultats qui ont été générés dans le cadre de ce travail, mais ne sont pas repris dans le corps du texte.

Essais de Traction uniaxiale

La Figure 5.1 présente la courbe contrainte-déformation d'un second échantillon brut testé en traction.

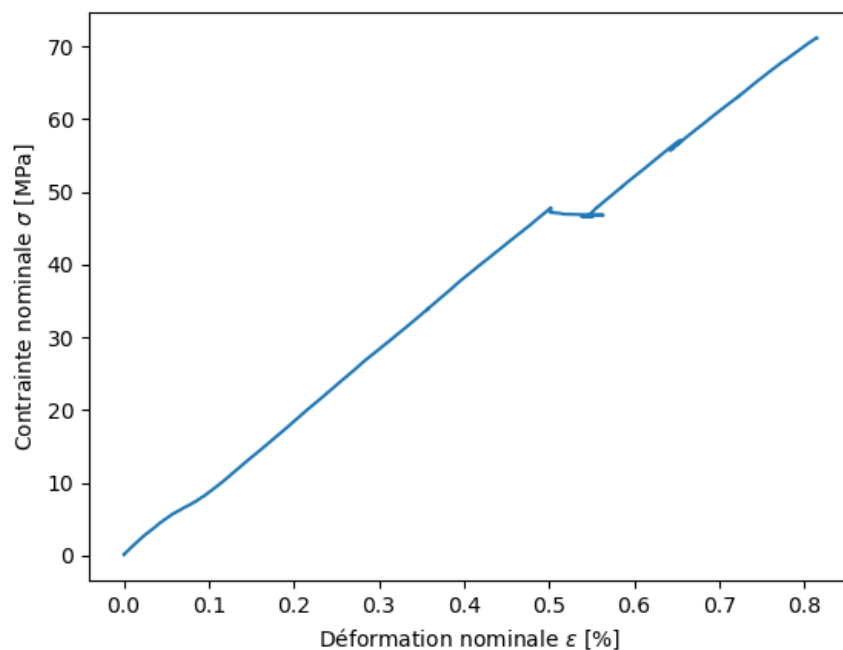


FIGURE 5.1 – Courbe contrainte-déformation pour un échantillon de traction.

Compression axiale

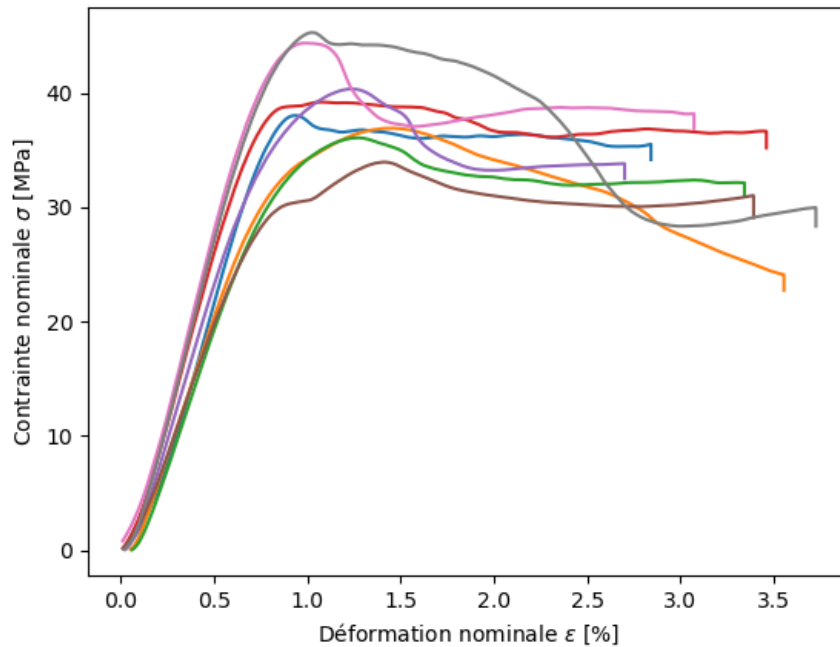


FIGURE 5.2 – Courbes contrainte-déformation d'échantillons de compression de bois brut.

Prétraitement

Les Figures 5.3 et 5.4 représentent l'évolution de la masse d'un échantillon prétraité en enceinte climatique et par eau bouillante respectivement et la modélisation de ces phénomènes par la seconde loi de Fick.

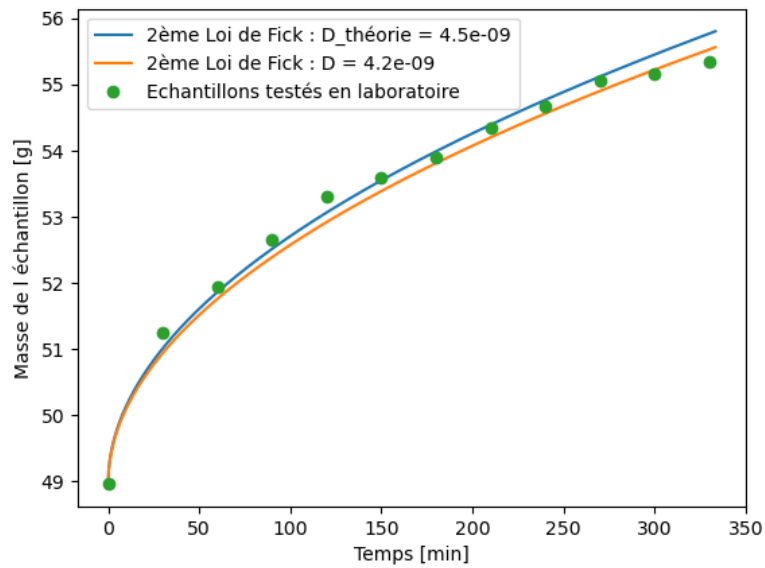


FIGURE 5.3 – Évolution de la masse d'un second échantillon prétraité en enceinte climatique ($95^{\circ}C/98\%HR$) et sa modélisation par la seconde loi de Fick pour un coefficient de diffusion théorique et de 'fitting'.

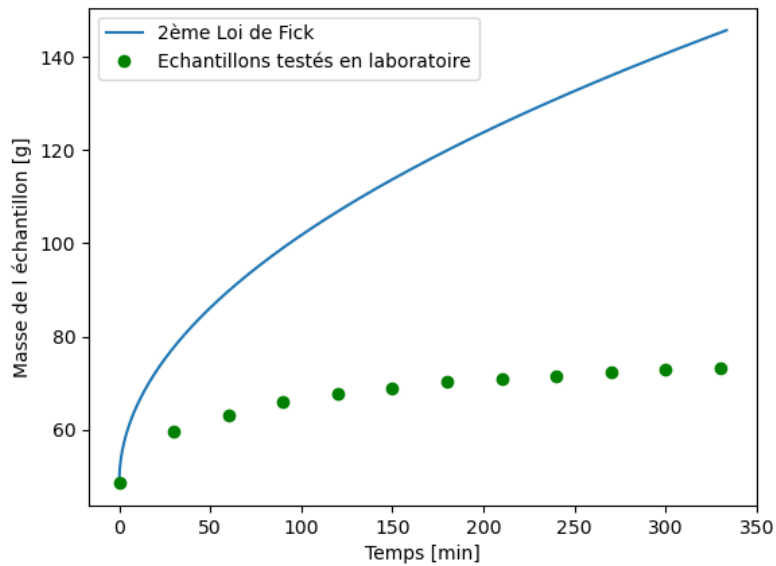


FIGURE 5.4 – Évolution de la masse d'un échantillon prétraité à l'eau bouillante. La modélisation par la seconde loi de Fick ne correspond pas aux résultats mesurés.

Analyse statistique

Ci-dessous sont présentés les graphes des valeurs obtenues par rapport à celles prédites pour la contrainte et la dureté (Figures 5.5 et 5.6) ainsi que de surfaces de réponses (Figure 5.7) et d'interaction entre variables (Figures 5.8 et 5.9).

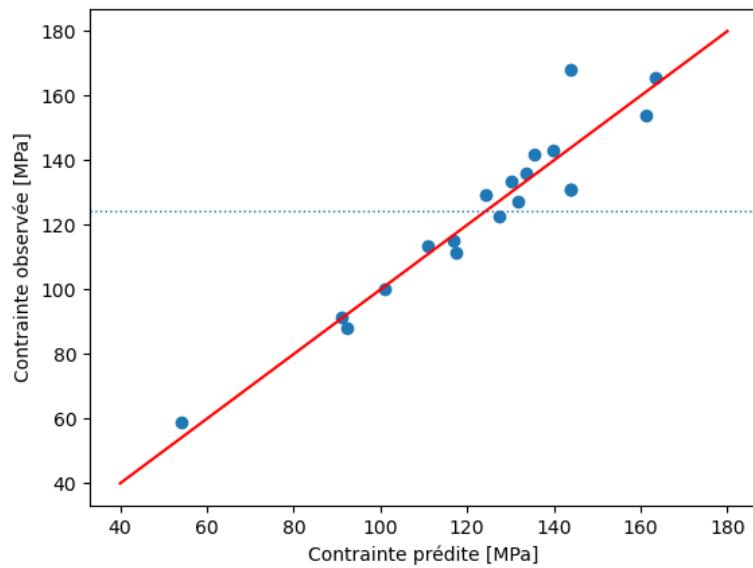


FIGURE 5.5 – Valeurs de contrainte obtenues par rapport à celles prédites par le modèle.

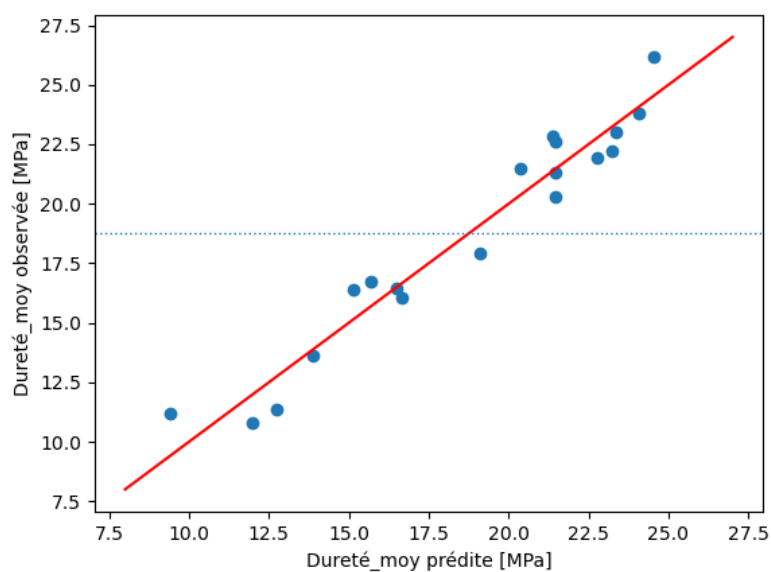


FIGURE 5.6 – Valeurs de dureté obtenues par rapport à celles prédites par le modèle.

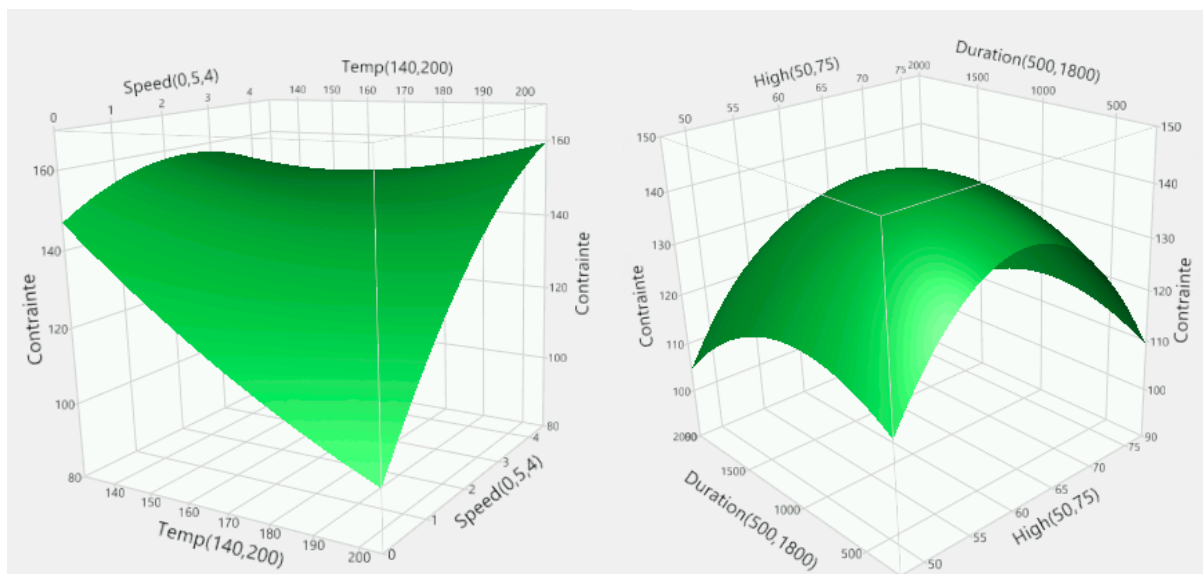


FIGURE 5.7 – Surfaces de réponse représentant la contrainte en fonction de la température et de la vitesse à gauche et du ratio de compression ('High') et de la durée à droite.



FIGURE 5.8 – Profil d'interaction des différentes variables pour prédire la valeur de la contrainte de rupture

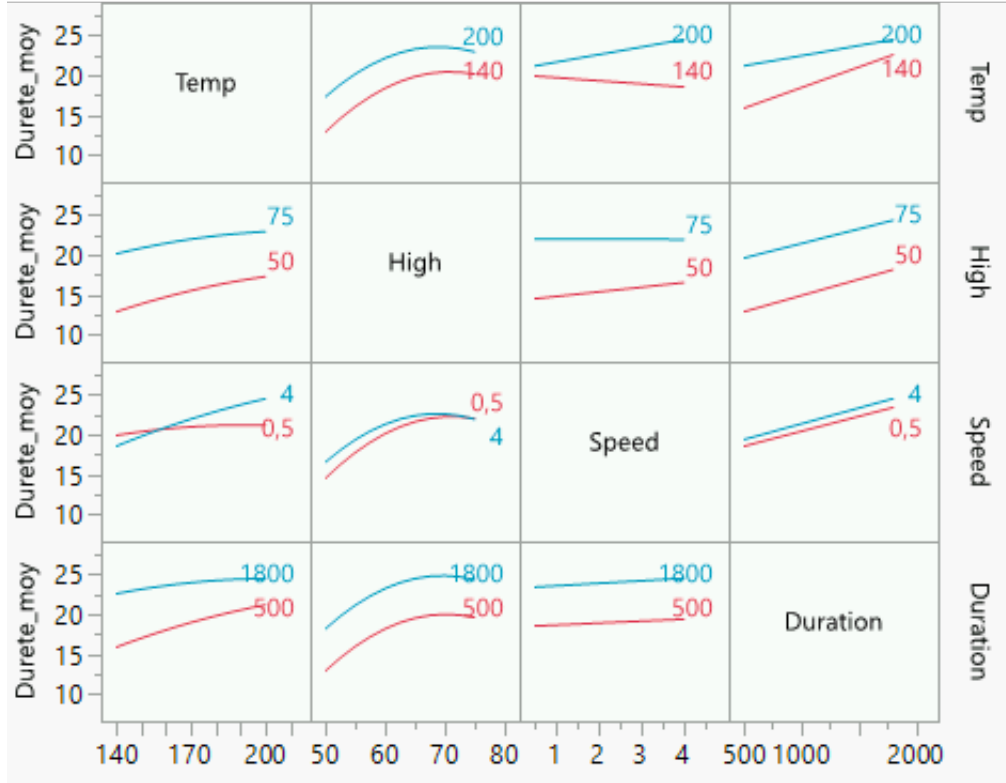


FIGURE 5.9 – Profil d'interaction des différentes variables pour prédire la valeur de la dureté moyenne

Formules de prédiction

Les formules de prédiction pour le module d'élasticité, la contrainte de rupture et la dureté moyenne sont exposées ci-dessous (ces formules de prédiction ne sont valides que pour les domaines des différentes variables) :

$$\begin{aligned}
 E_f = & 13.46 - 0.37 \times T - 2.03 \times R + 1.38 \times V - 0.39 \times D + 4.67 \times T^2 \\
 & + 1.27 \times T \cdot R - 3.11 \times R^2 - 1.93 \times T \cdot V - 2.66 \times R \cdot V + 1.18 \times V^2 \\
 & + 0.78 \times T \cdot D + 2.48 \times R \cdot D + 1.65 \times V \cdot D + 0.04 \times D^2
 \end{aligned} \tag{5.1}$$

$$\begin{aligned}
 \sigma_f = & 143.91 - 8.2 \times T - 2.33 \times R + 13.58 \times V - 4.31 \times D + 2.58 \times T^2 \\
 & - 2.96 \times T \cdot R - 17.47 \times R^2 + 9.77 \times T \cdot V - 5.55 R \times V - 5.96 \times V^2 \\
 & - 4.45 \times T \cdot D + 22.63 \times V \cdot D - 6.34 \times D^2
 \end{aligned} \tag{5.2}$$

$$\begin{aligned}
H_{moy,l} = & 21.47 + 1.8 \times T + 3.22 \times R + 0.48 \times V + 2.49 \times -0.43 \times T^2 \\
& - 0.41 \times T \cdot R - 2.7 \times R^2 + 1.17 \times T \cdot V - 0.52 \times R \cdot V \\
& - 0.85 \times T \cdot D - 0.13 \times R \cdot D + 0.06 \times V \cdot D
\end{aligned} \tag{5.3}$$

Bibliographie

- [1] La forêt. URL <https://www.houtinfobois.be/la-foret-et-le-bois/la-foret/>.
- [2] Fiche technique peuplier. URL https://www.grouazel-group.com/media/documents/essence/essence_6.pdf.
- [3] Le matériau bois. URL http://philippe.berger2.free.fr/Bois/Labo/materiau_bois/Le%20bois.htm.
- [4] Mécanique des solides déformables - propriétés du bois. URL http://mecaweb.free.fr/?Le_Materiau_Bois:Proprietes_du_Bois.
- [5] 4-anatomie et structure du bois [wikibois], . URL http://wikibois.com/doku.php?id=wikibois:1_les_materiaux_bois:nature_et_structure_du_bois.
- [6] AII SCBH systemes constructifs bois et habitat automatique BTS charpentes couverture productique philippe berger, . URL <http://philippe.berger2.free.fr/>.
- [7] Cellulose, . URL <https://fr.wikipedia.org/w/index.php?title=Cellulose&oldid=193076412>. Page Version ID : 193076412.
- [8] DEBIT DES BOIS, . URL <http://passion.bois.free.fr/le%20materiau%20bois/debit%20des%20bois/Debit%20des%20Bois.htm#INTRODUCTION04>.
- [9] Débit en plot | bois+ le bouvet, . URL <https://www.blb-bois.com/dossiers/dico-du-bois/debit-en-plot>.
- [10] Équilibre hygroscopique, . URL https://www.tcb-deschaux.fr/cours/materiau_bois/_quilibre_hygroscopique.htm.
- [11] Glossaire, . URL <https://www.houtinfobois.be/ressources/glossaire/>.
- [12] Hemicellulose, . URL <https://en.wikipedia.org/w/index.php?title=Hemicellulose&oldid=1081465390>. Page Version ID : 1081465390.
- [13] Inforets - le bois, . URL http://inforets.free.fr/article.php3?id_article=125.

- [14] IRM - humidité relative, . URL <https://www.meteo.be/fr/meteo/previsions/modele-alaro/humidite-relative>.
- [15] Lignin, . URL <https://en.wikipedia.org/w/index.php?title=Lignin&oldid=1082275224>. Page Version ID : 1082275224.
- [16] Peuplier, . URL <https://fr.wikipedia.org/w/index.php?title=Peuplier&oldid=192109881>. Page Version ID : 192109881.
- [17] Plastifiant pour matière plastique, . URL https://fr.wikipedia.org/w/index.php?title=Plastifiant_pour_mati%C3%A8re_plastique&oldid=180041548. Page Version ID : 180041548.
- [18] Pyrolyse, . URL <https://fr.wikipedia.org/w/index.php?title=Pyrolyse&oldid=193467006>. Page Version ID : 193467006.
- [19] Résilience (écologie), . URL [https://fr.wikipedia.org/w/index.php?title=R%C3%A9silience_\(%C3%A9cologie\)&oldid=186350629](https://fr.wikipedia.org/w/index.php?title=R%C3%A9silience_(%C3%A9cologie)&oldid=186350629). Page Version ID : 186350629.
- [20] Température de transition vitreuse, . URL https://fr.wikipedia.org/w/index.php?title=Temp%C3%A9rature_de_transition_vitreuse&oldid=170352762. Page Version ID : 170352762.
- [21] Propriétés mécaniques du peuplier, 2010. URL https://www.lignum.ch/files/_migrated/content_uploads/Propri%C3%A9t%C3%A9s_m%C3%A9caniques_du_bois_01.pdf.
- [22] Michael F Ashby. Materials selection in mechanical design. by michael f ashby, 1999. Other : Chapter 7 (Selection of Material and Shape) based on work by Weaver including graphs, figures and text.
- [23] Par Mélanie Bergeron. POURQUOI UNE DURETÉ VARIABLE ? page 3.
- [24] Kévin Candelier. Caractérisation des transformations physico-chimiques intervenant lors de la thermodégradation du bois. influence de l'intensité de traitement, de l'essence et de l'atmosphère.
- [25] Karine Charlet, Vincent Mathot, and Jacques Devaux. Crystallization and dissolution behaviour of polyamide 6–water systems under pressure. *Polymer international*, 60 (1) :119–125, 2011.
- [26] John Crank. *The mathematics of diffusion*. Oxford university press, 1979.
- [27] Cyril5555. techniques de débit du bois. URL https://commons.wikimedia.org/wiki/File:D%C3%A9bit_du_bois.png?uselang=fr.

- [28] Vickers-path svg : Original uploader was User A1 at en.wikipedia. English : Schematic of a vicker's hardness testDeutsch : Schematische darstellung der vicker's härteprüfung. URL <https://commons.wikimedia.org/wiki/File:Vickers-path-2.svg>.
- [29] Laine Kristiina et al. Wood densification and thermal modification : hardness, set-recovery and micromorphology. 50(5) :883–894. ISSN 1432-5225. doi : 10.1007/s00226-016-0835-z. URL <https://doi.org/10.1007/s00226-016-0835-z>.
- [30] Meriem Fournier. Propriétés mécaniques et physiques du bois - PDF téléchargement gratuit. URL <https://docplayer.fr/45360591-Proprietes-mecaniques-et-physiques-du-bois.html>.
- [31] Qilan Fu. COMPORTEMENT PHYSIQUE, CHIMIQUE ET MÉCANIQUE DU BOIS SUITE À LA COMPRESSION SOUS L'EFFET DE LA CHALEUR ET DE L'HUMIDITÉ. page 178, 2019.
- [32] Guillaume Gerandi. *Approches expérimentale et numérique multi-échelle pour modéliser le terme source de masse durant la dégradation du bois pour l'incendie*. PhD thesis, 02 2020.
- [33] Hankwang. English : Equilibrium moisture content of wood versus relative humidity of the surrounding air. URL https://commons.wikimedia.org/wiki/File:Hailwood-Horrobin_EMC_graph.svg.
- [34] Alex Impola. *Base-catalyzed Reformation of Kraft Lignin for the Production of Carbon Fiber Precursors*. PhD thesis, 06 2016.
- [35] Masafumi Inoue, Misato Norimoto, Mitsuhiro Tanahashi, and Roger M. Rowell. Steam or heat fixation of compressed wood. pages 224–235. ISSN 0735-6161. URL <https://wfs.swst.org/index.php/wfs/article/view/288>.
- [36] Anissa Khelfa. Etude des étapes primaires de la dégradation thermique de la biomasse lignocellulosique, 2009-07-06. URL <https://hal.univ-lorraine.fr/tel-01752631>.
- [37] Franz Kollmann et al. Occurrence of exothermic reactions in wood. *Holz als Roh-und Werkstoff*, 18(6) :193–200, 1960.
- [38] Lulu Kong, Zijian Zhao, Zhengbin He, and Songlin Yi. Effects of steaming treatment on crystallinity and glass transition temperature of eucalyptus grandis × e. urophylla. *Results in Physics*, 7 :914–919, 2017. ISSN 2211-3797. doi : <https://doi.org/10.1016/j.rinp.2017.02.017>. URL <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S221137971630523X>.

- [39] Andreja Kutnar and Milan Sernek. Densification of wood. *Zbornik Gozdarstva in Lesarstva*, 82 :53–62, 01 2007.
- [40] Larry Loffer. What is equilibrium moisture content. URL <https://www.wagnermeters.com/moisture-meters/wood-info/what-is-equilibrium-moisture-content/>.
- [41] Dominique Marguerie, Vincent Bernard, Yves Bégin, and Jean-Frédéric Terral. *Dendroanthracologie*, pages 311–348. 01 2010. ISBN 978-2-7637-9086-2.
- [42] Nicolas Mariotti. Caractérisation des propriétés physico-mécaniques de bois densifié thermo-hygromécaniquement. 2010.
- [43] Nadia Mouchot. Etude expérimentale et modélisation des transports diffusionnels de l’eau dans le domaine hygroscopique des bois de hêtre et d’épicéa. page 232, 2002.
- [44] Parviz Navi and Frédéric Heger. *Comportement thermo-hydrromécanique du bois - Application technologiques et dans les structures*. Presses polytechniques et universitaires romandes, Lausanne, 2005.
- [45] Sara Noorolahi, Javad Khazaei, and Sayeh Jafari. Modeling cyclic water absorption and desorption characteristics of three varieties of wood. 05 2022.
- [46] John P. O’Connor. *Improving wood strength and stiffness through viscoelastic thermal compression*. Oregon State University. Type : Masters Thesis.
- [47] OEWB. PANORABOIS WALLONIE 2021 | office économique wallon du bois. URL <https://www.oewb.be/news/panorabois-wallonie-2021>.
- [48] Wieslaw Olek and Jerzy Weres. Effects of the method of identification of the diffusion coefficient on accuracy of modeling bound water transfer in wood. In Stefan Jan Kowalski, editor, *Drying of Porous Materials*, pages 135–144. Springer Netherlands. ISBN 978-1-4020-5479-2. doi : 10.1007/978-1-4020-5480-8_11. URL http://link.springer.com/10.1007/978-1-4020-5480-8_11.
- [49] Ekhlas Osman, Anatoli Vakhguelt, Igor Sbarski, and Saad Mutasher. Water absorption behavior and its effect on the mechanical properties of kenaf natural fiber unsaturated polyester composites. *ICCM International Conferences on Composite Materials*, 01 2011.
- [50] IPRFW Inventaire permanent des ressources forestières en Wallonie. Evolution. URL <http://iprfw.spw.wallonie.be/cy2-evolution.php>.
- [51] Fabrice Petel. SUIVI DE LA CROISSANCE ET ÉTABLISSEMENT d’ALLOMÉTRIE

DE QUATRE GÉNOTYPES DE PEUPLIERS EN PÉPINIÈRE EN RÉPONSE À LA SÉCHERESSE. page 27, 2017.

- [52] Charles Quentin. Anatomie du bois, 2010. URL <https://krapooarboricole.files.wordpress.com/2010/12/lanatomie-du-bois-charles-quentin.pdf>.
- [53] Dick Sandberg and Parviz Navi. *Wood material science, advanced course*. Växjö University. ISBN 978-91-7636-561-8. OCLC : 938726111.
- [54] Sheldon Shi. Diffusion model based on fick's second law for the moisture absorption process in wood fiber-based composites : Is it suitable or not ? *Wood Science and Technology*, 41 :645–658, 12 2007. doi : 10.1007/s00226-006-0123-4.
- [55] Jianwei Song et al. Processing bulk natural wood into a high-performance structural material. *Nature*, 554 :224–228, 02 2018. doi : 10.1038/nature25476.
- [56] Simon Villeneuve. Statique et résistance des matériaux - chapitre 10 : Déformation dans les poutres en flexion. URL <https://appx.cchic.ca/svilleneuve/materiaux/chap10.pdf>.
- [57] Jörg Wehsener, Christian Brischke, Linda Meyer-Veltrup, Jens Hartig, and Peer Haller. Physical, mechanical and biological properties of thermo-mechanically densified and thermally modified timber using the vacu3-process. *European Journal of Wood and Wood Products*, 76(3) :809–821, 2018.
- [58] C. R. Welzbacher, J. Wehsener, A. O. Rapp, and P. Haller. Thermo-mechanical densification combined with thermal modification of norway spruce (*piceaabies karst*) in industrial scale – dimensional stability and durability aspects. 66(1) :39–49. ISSN 1436-736X. doi : 10.1007/s00107-007-0198-0. URL <https://doi.org/10.1007/s00107-007-0198-0>.
- [59] Wikipedia contributors. Dynamic mechanical analysis — Wikipedia, the free encyclopedia. https://en.wikipedia.org/w/index.php?title=Dynamic_mechanical_analysis&oldid=1021264084, 2021. [Online ; accessed 5-May-2022].
- [60] Méline Wilmart. Anhydre. URL <https://www.houtinfo Bois.be/glossaire/anhydre/>.
- [61] Haiping Yang, Rong Yan, Hanping Chen, Dong Ho Lee, and Chuguang Zheng. Characteristics of hemicellulose, cellulose and lignin pyrolysis. *Fuel*, 86 :1781–1788, 2007.
- [62] Menail Younes. Structure microscopique du bois, 2019. URL https://elearning-deprecated.univ-annaba.dz/pluginfile.php/53259/mod_

resource/content/2/C2.pdf#:~:text=quantit%C3%A9%20de%20lignine.-, Structure%20d'une%20cellule%20fibreuse%20du%20bois,de%20lignine%20et%20d'h%C3%A9micelluloses.

- [63] Meng Zhou. *Compréhension des mécanismes de transferts d'eau dans le bois*. Theses, Université Paris-Est, November 2018. URL <https://pastel.archives-ouvertes.fr/tel-02084019>.

UNIVERSITÉ CATHOLIQUE DE LOUVAIN
École polytechnique de Louvain

Rue Archimède, 1 bte L6.11.01, 1348 Louvain-la-Neuve, Belgique | www.uclouvain.be/epl