

**École polytechnique de Louvain**

# **Caractérisation des propriétés physiques et mécaniques du bois densifié par procédé thermo-hydrromécanique**

Auteur: **Lucas BOSMANS**

Promoteur: **Thomas PARDOEN**

Lecteurs: **Marie-Stéphane COLLA, Pascal JACQUES**

Année académique 2022–2023

Master [120] : ingénieur civil des constructions



# Résumé

En raison du changement climatique, les forêts belges se retrouvent sous pression. Afin d'en garantir une gestion durable et résiliente, le secteur forestier cherche à diversifier les espèces d'arbres en combinant celles cultivées aujourd'hui pour le bois de construction à d'autres essences à croissance rapide, de moindre densité. Il est dès lors impératif de trouver des méthodes permettant de valoriser ces ressources en bois de faible densité, souvent sous-utilisées dans l'industrie.

La densification thermo-hydrromécanique est un procédé qui implique la combinaison de chaleur, d'humidité et de pression mécanique pour densifier le bois et de ce fait améliorer ses propriétés mécaniques. Dans le cadre de ce travail, cette méthode a été employée pour densifier du peuplier. Le processus de densification thermo-hydrromécanique s'est déroulé en trois étapes : le prétraitement, la densification à proprement parler et le post-traitement. Le prétraitement vise à préparer le bois à la densification et le post-traitement a pour but de fixer le bois dans sa conformation déformée afin d'accroître sa stabilité dimensionnelle.

L'objectif de ce travail consistait en la caractérisation du comportement physique et mécanique du peuplier densifié par procédé thermo-hydrromécanique. Les résultats de cette étude ont montré que la densification a conduit à une amélioration significative des caractéristiques mécaniques du bois, tant en ce qui concerne la résistance à la flexion, le module d'élasticité que la dureté. En revanche, elle n'a pas permis de réduire la variabilité des caractéristiques mécaniques du bois. Il a aussi été constaté qu'une augmentation de la température de densification a engendré une amélioration moindre de la résistance à la flexion et du module d'élasticité du bois densifié mais a conféré une dureté parallèle aux fibres supérieure et une meilleure stabilité dimensionnelle.

Ce travail a également présenté une analyse de la densification avec mise en forme du bois, qui constitue une voie encore peu explorée à ce jour. Il a été constaté que la température de densification et surtout le taux d'humidité du prétraitement ont exercé une influence considérable sur la conservation de la géométrie imposée par le moule. Dans la perspective d'une meilleure conservation de la forme, un prétraitement à faible taux d'humidité et une température de densification très élevée sont recommandés. Cependant, il a été démontré que ces paramètres conduisent à une réduction des caractéristiques mécaniques du bois.



# Remerciements

Je remercie tout d'abord mon promoteur Thomas Pardoën pour avoir proposé ce sujet de mémoire qui m'aura passionné pendant de nombreux mois ainsi que pour son expertise et son partage de connaissances tout au long de mon travail.

Je tiens à remercier chaleureusement Marie-Stéphane Colla pour son accompagnement, sa disponibilité permanente, ses idées, ainsi que sa capacité à susciter la réflexion et à encourager l'innovation. J'adresse également mes remerciements à Sophie Ryelandt pour sa disponibilité et ses conseils ainsi qu'à Pascal Jacques d'avoir accepté d'être lecteur de mon mémoire et présent dans mon jury. Je remercie Valentin Coenen pour son entraide et les discussions enrichissantes.

Merci également à Quentin Mestrez pour sa disponibilité au laboratoire ainsi que pour son aide et ses indications concernant l'utilisation des différentes machines d'essai. Merci à Vincent Forzée pour la confection des nombreux échantillons. Merci à Bruno Dell'Aquila pour sa formation sur le fonctionnement de la machine de micro-dureté. Merci également aux autres techniciens présents au laboratoire pour leur sympathie.

Enfin, je voudrais remercier mes parents pour leur soutien constant et leurs encouragements durant mes années d'études. Je les remercie également pour la relecture de mon mémoire. Merci à mes amis pour l'intérêt porté à mon travail ainsi que pour leur motivation permanente.



# Table des matières

<b>Introduction</b>	<b>1</b>
<b>1 Revue de littérature</b>	<b>3</b>
1.1 Matériau bois . . . . .	3
1.1.1 Structure et anatomie . . . . .	3
1.1.2 Plans ligneux . . . . .	5
1.1.3 Chimie du bois . . . . .	6
1.1.4 Propriétés physiques et mécaniques . . . . .	7
1.1.5 Le bois et l'eau . . . . .	12
1.2 Caractéristiques du peuplier . . . . .	15
1.3 Mécanismes de la densification thermo-hydromécanique (THM) . . . . .	16
1.3.1 Effet de la température et de la teneur en eau sur le comportement du bois . . . . .	17
1.3.2 Transfert de chaleur et mouvement de l'humidité . . . . .	19
1.3.3 Densification . . . . .	21
1.3.4 Relaxation des contraintes . . . . .	22
1.3.5 Retour viscoélastique . . . . .	24
1.4 Méthodes de densification dans la littérature . . . . .	24
1.4.1 Densification thermo-hydromécanique . . . . .	25
1.4.2 Densification avec traitement chimique . . . . .	28
1.5 Conclusion . . . . .	31
<b>2 Matériel et méthodes expérimentales</b>	<b>32</b>
2.1 Bois brut . . . . .	32
2.2 Procédé de densification . . . . .	33

## TABLE DES MATIÈRES

---

2.2.1	Prétraitement . . . . .	34
2.2.2	Densification . . . . .	34
2.2.3	Post-traitement . . . . .	36
2.3	Microscopie 3D . . . . .	36
2.4	Essais de flexion . . . . .	37
2.5	Essais de microdureté . . . . .	39
2.5.1	Dureté parallèle aux fibres . . . . .	39
2.5.2	Dureté perpendiculaire aux fibres . . . . .	41
2.6	Retour viscoélastique et taux de recouvrement . . . . .	42
2.7	Mise en forme du bois par moulage . . . . .	43
2.8	Conclusion . . . . .	44
<b>3</b>	<b>Résultats et discussion</b>	<b>45</b>
3.1	Observation au microscope 3D . . . . .	45
3.2	Caractéristiques physiques et mécaniques du bois densifié . . . . .	47
3.2.1	Masse volumique . . . . .	47
3.2.2	Résistance à la flexion et module d'élasticité . . . . .	48
3.2.3	Dureté . . . . .	51
3.3	Stabilité dimensionnelle . . . . .	56
3.3.1	Retour viscoélastique . . . . .	56
3.3.2	Taux de recouvrement . . . . .	60
3.3.3	Relaxation des contraintes . . . . .	62
3.4	Densification avec mise en forme du bois . . . . .	64
3.4.1	Effet de la teneur en eau . . . . .	65
3.4.2	Effet de la température . . . . .	66
3.4.3	Densification à faible teneur en eau . . . . .	67
3.5	Conclusion . . . . .	72
	<b>Conclusion</b>	<b>74</b>

# Introduction

En raison du changement climatique, les forêts belges se retrouvent sous pression. Les changements de température, les précipitations irrégulières et les événements météorologiques extrêmes menacent leur santé et leur durabilité. Par conséquent, il devient capital d'adopter des mesures pour renforcer la résilience de ces forêts et assurer leur préservation.

Actuellement, les parcelles forestières belges sont majoritairement composées d'une seule espèce d'arbre de densité élevée, souvent sélectionnée pour répondre aux besoins de l'industrie. Cependant, des études ont mis en évidence que la présence d'une multitude d'essences, notamment des espèces à croissance rapide de moindre densité, contribue à renforcer la santé des forêts et à garantir leur exploitation durable. La diversification permet en effet de réduire la vulnérabilité des forêts face aux maladies et aux parasites spécifiques à une espèce, mais aussi de s'adapter aux conditions climatiques changeantes en augmentant les chances de voir certains individus résister aux aléas climatiques à venir.

Dans ce contexte, il est essentiel de trouver des méthodes permettant de valoriser les ressources en bois de faible densité, souvent sous-utilisées dans l'industrie, afin d'accroître leur compétitivité. Étant donné que la plupart des propriétés mécaniques du bois sont étroitement liées à sa densité, l'une des stratégies visant à rendre le bois plus performant consiste à le densifier, notamment à l'aide de procédés thermo-hydrromécaniques. C'est précisément l'objet de cette étude.

La densification thermo-hydrromécanique est un procédé qui implique la combinaison de chaleur, d'humidité et de pression mécanique pour densifier le bois et de ce fait améliorer ses propriétés physiques et mécaniques, notamment la résistance à la flexion et la dureté. Un des principaux enjeux de la densification thermo-hydrromécanique réside dans la stabilité dimensionnelle des éléments densifiés, afin d'éviter une reprise en épaisseur importante qui pourrait réduire les avantages de la densification.

Le processus de densification thermo-hydrromécanique utilisé dans le cadre de ce travail s'est déroulé en trois étapes : le prétraitement, la densification à proprement parler et le post-traitement. Le prétraitement vise à préparer et ramollir le bois afin de lui permettre de se déformer de manière importante sans se fracturer. Lors de la densifi-

cation, le bois subit une compression radiale afin d'augmenter sa densité. Étant donné que cette compression s'accompagne du développement de contraintes internes importantes, le post-traitement a pour but de fixer le bois dans sa conformation déformée afin d'accroître sa stabilité dimensionnelle.

L'objectif de ce travail consiste en la caractérisation du comportement physique et mécanique du peuplier densifié par procédé thermo-hydrromécanique. Afin d'évaluer les modifications structurelles survenant au sein du bois durant le processus de densification, une observation microscopique en 3D des échantillons a été réalisée préalablement et postérieurement au processus de densification. De plus, les caractéristiques mécaniques, en particulier la résistance à la flexion, le module d'élasticité ainsi que la dureté parallèle et perpendiculaire aux fibres, ont été caractérisées. Les résultats ont ensuite été confrontés aux propriétés mécaniques du peuplier à l'état brut et d'autres essences naturellement plus denses. Par ailleurs, la stabilité dimensionnelle a également été étudiée, évaluée via le retour viscoélastique et le taux de recouvrement du bois densifié.

Enfin, ce travail présente une analyse de la densification avec mise en forme du bois, qui constitue une voie encore peu explorée à ce jour. L'objectif est de définir les conditions expérimentales permettant de garantir à la fois des propriétés mécaniques optimales et une conservation de la forme imposée par le moule. Cette démarche présente un grand intérêt pour l'industrie afin d'éviter une étape supplémentaire de mise en forme des éléments en bois densifié.

# Chapitre 1

## Revue de littérature

Afin de comprendre et analyser les résultats obtenus dans ce travail, il est essentiel de se pencher sur les caractéristiques et les propriétés spécifiques du matériau bois ainsi que d'étudier les phénomènes physiques et chimiques se produisant lors de la densification thermo-hydrromécanique.

Ce chapitre présente une description de la structure du bois, de ses propriétés physiques et mécaniques et de son lien étroit avec l'eau. Il détaille ensuite les caractéristiques du peuplier, qui constitue l'essence étudiée dans ce travail. Enfin, il aborde les mécanismes de la densification thermo-hydrromécanique et les méthodes de densification que l'on peut trouver dans la littérature.

### 1.1 Matériau bois

#### 1.1.1 Structure et anatomie

Telle qu'illustrée à la Figure 1.1, la coupe transversale d'une branche ou du tronc fait apparaître, en partant de l'extérieur :

1. L'écorce externe, également appelée liège ou suber. Celle-ci est composée de cellules mortes qui constituent une enveloppe protectrice.
2. L'écorce interne ou liber. Le liber comporte un ensemble d'éléments conducteurs dans lesquels circule la sève élaborée (descendante) et de cellules de remplissage dont la fonction est la mise en réserve. La sève élaborée conduit l'eau et les sucres, synthétisés par la photosynthèse, des feuilles vers les racines pour alimenter, tout au long de son parcours, les cellules en substances nutritives.
3. Le cambium. Le cambium est un tissu très fin permettant la croissance radiale par la faculté qu'ont ses cellules de se diviser et de se différencier. Il produit l'aubier vers l'intérieur et le liber vers l'extérieur.

4. Le bois périphérique, également appelé bois fonctionnel ou aubier. Il y circule la sève brute (ascendante), composée d'eau et de minéraux prélevés dans le sol par les racines et acheminés jusqu'aux feuilles. La sève transite via les vaisseaux chez les feuillus et via les trachéides chez les résineux. Périodiquement, les vaisseaux et les trachéides situés le plus à l'intérieur se bouchent et cessent d'alimenter l'arbre. Ce processus est appelé duraminisation.
5. Le bois de cœur, également appelé bois parfait ou duramen. Le duramen correspond aux zones d'accroissement les plus anciennes. C'est la partie la plus dure et résistante du bois, une zone compacte, dense et imputrescible présentant les meilleures caractéristiques de durabilité. Il se compose de cellules mortes et a un rôle de soutien mécanique. C'est le bois le plus utilisé dans la construction.
6. La moelle. Il s'agit d'un tissu parenchymateux mort situé au centre du tronc, autour duquel se forment les cernes d'accroissement. La moelle correspond à la tige formée lors des premiers jours de croissance de l'arbre.

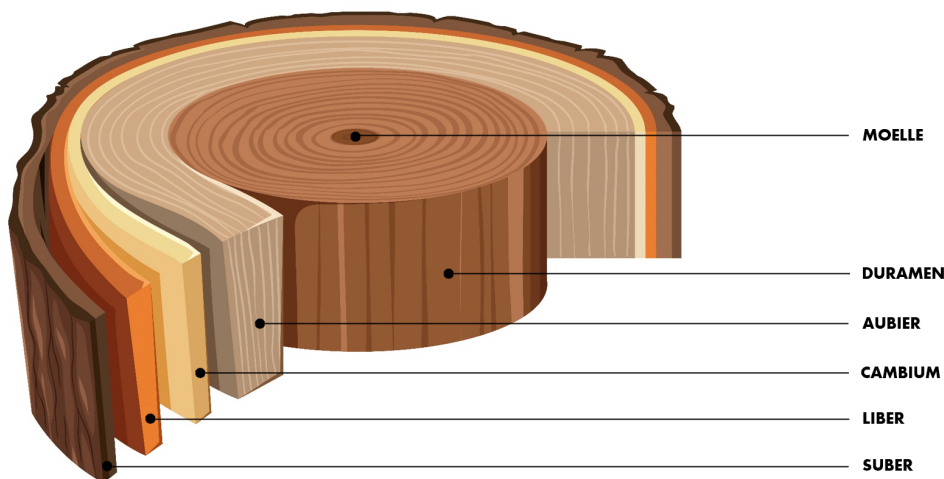


FIGURE 1.1 – Anatomie du bois [4]

Dans nos régions, la période de croissance commence au printemps et se termine à la fin de l'été. Chaque année, durant cette période, le cambium produit par division cellulaire une couche d'épaisseur variable qui entoure le bois produit au cours des années précédentes et s'en distingue. Ces couches concentriques sont observables en coupe transversale de l'arbre et correspondent chacune à un cerne d'accroissement [18]. En comptant les cernes, on peut donc déterminer l'âge de l'arbre.

Un cerne se compose généralement de deux zones distinctes : le bois de printemps ou bois initial et le bois d'été ou bois final. Chez certaines espèces comme le peuplier ou le bouleau, cette distinction n'apparaît cependant pas. En région tropicale, c'est l'alternance de saisons sèches et humides qui entraîne des zones de croissance distinctes. Par conséquent, en l'absence de période de repos végétatif interrompant la croissance, les cernes ne sont pas observables [18].

Dans le bois initial, les cellules ont des parois minces ( $\sim 2\mu\text{m}$ ) et une cavité centrale, appelée lumen, importante. Cela favorise le transport rapide de grandes quantités de sève brute nécessaires au démarrage de la croissance [18] [29].

Dans le bois final, les cellules ont un diamètre plus petit et des parois épaisses ( $\sim 10\mu\text{m}$ ). Cette réduction du diamètre s'explique par la diminution des besoins en sève à mesure que la croissance ralentit. Les cellules acquièrent alors une fonction de soutien et contribuent à la consolidation du tronc [18] [29].

La largeur des cernes et la proportion entre le bois initial et le bois final au sein d'un même cerne dépendent essentiellement des conditions de croissance de l'arbre. Par ailleurs, la largeur des cernes peut varier considérablement au sein d'un même arbre [18]. Cela explique la variation importante de la densité du bois d'un échantillon à un autre.

### 1.1.2 Plans ligneux

Afin de résister à son poids et aux sollicitations extérieures, l'arbre développe au cours de sa croissance une structure organisée, ce qui donne au bois son caractère anisotrope [29].

Les différents tissus du bois sont orientés parallèlement et perpendiculairement à l'axe de la moelle. On distingue trois plans de référence, illustrés à la Figure 1.2, correspondant à trois directions : axiale, radiale et tangentielle. Ces trois plans permettent l'observation des caractéristiques anatomiques du bois, spécifiques à chaque essence [18]. Ils offrent également des propriétés distinctes qui peuvent influencer les caractéristiques physiques et mécaniques du matériau.

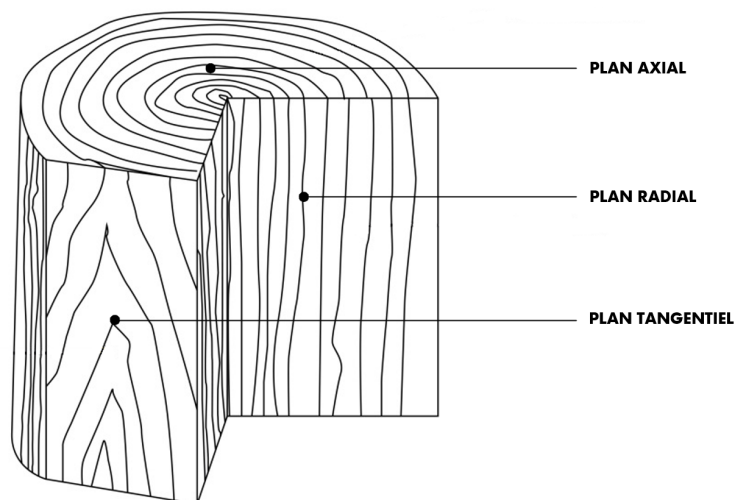


FIGURE 1.2 – Plans ligneux [35]

Le plan axial ou transversal résulte de la coupe perpendiculaire à l'axe longitudinal du tronc. Par cette coupe, les cernes d'accroissement, l'aubier et le duramen sont visibles. Le bois débité dans le sens transversal est qualifié de bois debout.

Le plan tangentiel résulte de la coupe tangente aux cernes et perpendiculaire aux rayons du bois. Le bois débité dans le sens tangentiel est qualifié de débit sur dosse.

Le plan radial résulte de la coupe parallèle à l'axe longitudinal du tronc et passant par le centre de ce dernier. Les cernes d'accroissement, l'aubier et le duramen sont également visibles. Le bois débité dans le sens radial est qualifié de bois sur quartier [18].

La forme circulaire des cernes annuels et la conformation longitudinale des cellules confèrent au bois des propriétés mécaniques axisymétriques. Il faut cependant noter que ce caractère axisymétrique n'est pas parfait. Le bois présente de nombreux défauts et imperfections provenant des noeuds, des racines, des branches et d'une croissance non-uniforme [29].

### 1.1.3 Chimie du bois

La composition chimique élémentaire du bois varie très peu d'une essence à l'autre. En pourcentage du poids sec, les éléments suivants sont présents dans différentes proportions : C (50 %), O (43 %), H (6 %), N (1 %), cendres (<1 %) [18].

La composition de la paroi cellulaire du bois est illustrée à la Figure 1.3. Les trois principaux polymères qui la constituent sont la cellulose (40–50 %), les hémicelluloses (20–25 %) et la lignine (20–30 %). Le bois contient également de petites quantités de cendres et d'extractibles, qui sont des composés organiques tels que les polyphénols, les terpènes, les résines, les sucres, les tanins et les acides gras. Ils sont généralement concentrés dans les parois cellulaires du duramen et sont impliqués dans les mécanismes de défense en diminuant la perméabilité et l'hygroscopicité du bois.

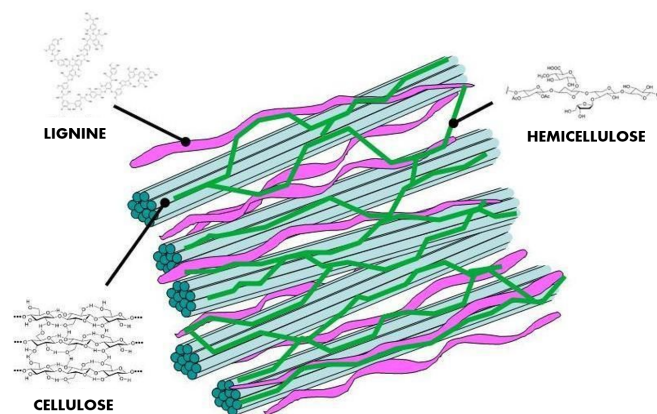


FIGURE 1.3 – Composition de la paroi cellulaire [36]

La cellulose est un polymère linéaire dont le monomère de base est le glucose et qui possède un degré de polymérisation compris entre 5 000 et 10 000 dans le bois. Les molécules de cellulose prennent une forme de longues chaînes qui s'associent afin de former des microfibrilles semi-cristallines. C'est la partie cristalline des microfibrilles qui joue le rôle d'armature de la paroi cellulaire.

Les hémicelluloses sont des polymères plus courts que la cellulose, dont le degré de polymérisation est compris entre 100 et 200. Leurs chaînes sont formées par des sucres tels que le glucose, le xylose, le mannose et l'arabinose [18]. Les hémicelluloses sont des substances hydrophiles, étroitement associées à la cellulose via des liaisons hydrogène et à la lignine via des liaisons covalentes. Elles assurent donc la liaison chimique entre l'armature de cellulose et la matrice de lignine.

La lignine est un polymère polyphénolique dont la composition complexe est très variable d'une essence à l'autre. La lignine forme avec les hémicelluloses une matrice autour des microfibrilles de cellulose. Elle comble ainsi les espaces vides de la paroi.

Les propriétés fondamentales du bois sont intimement liées à ses constituants. En revanche, elles ne résultent pas seulement de la simple somme des caractéristiques de chaque composant pris individuellement, mais également de leurs interactions mutuelles [29].

### 1.1.4 Propriétés physiques et mécaniques

Les propriétés physiques et mécaniques du bois proviennent de différents facteurs, parmi lesquels la façon dont il s'est formé, sa composition et sa structure cellulaire (variables selon l'essence et l'environnement), la provenance de l'arbre et ses conditions de croissance [16].

Chez de nombreuses espèces telles que le chêne ou le douglas, l'aubier se démarque par sa couleur du duramen. Il est dit « distinct » ou « différencié ». Chez d'autres espèces comme l'épicéa ou le peuplier, il ne s'en distingue pas ou très peu. On dit alors qu'il est « indistinct » ou « non-différencié ». D'une manière générale, l'aubier ne présente ni les caractéristiques physiques ni les propriétés mécaniques du bois parfait. La plupart du temps, il est vulnérable aux champignons lignivores, aux insectes xylophages et autres agents de dégradation biologique du bois. Par conséquent, le bois est généralement commercialisé après avoir été débarrassé de son aubier [16].

## Anisotropie

L'anisotropie est la propriété d'un matériau de présenter des caractéristiques dépendantes de la direction. La structure cellulaire du bois est orientée. Cette particularité structurale explique l'anisotropie du bois et conduit à une variation de son comportement selon la direction considérée (axiale, radiale ou tangentielle) [18]. Il est essentiel de tenir compte de l'anisotropie lors de la conception et l'utilisation du bois dans des applications spécifiques, afin de garantir une performance optimale et une durabilité à long terme. L'anisotropie distingue de ce fait le bois de tous les autres matériaux utilisés en construction.

## Densité

La masse volumique  $\rho$  est une grandeur physique qui définit la masse par unité de volume. Elle figure parmi les caractéristiques physiques du bois les plus importantes et est positivement corrélée avec ses caractéristiques mécaniques [18]. Elle est exprimée selon :

$$\rho = \frac{m}{V} \quad [kg/m^3] \quad (1.1)$$

Pour le bois, on utilise plus communément la notion de densité. La densité est en réalité définie comme le rapport entre la masse volumique du matériau et la masse volumique d'une substance de référence, en général l'eau. Ces deux notions sont toutefois analogues et reflètent la même propriété physique.

La densité du bois est fonction de plusieurs facteurs, principalement la teneur en eau, l'essence considérée, le rythme de croissance et la texture du bois (proportion de bois initial et de bois final dans les cernes d'accroissement). Ces paramètres influencent en effet le diamètre des lumens et l'épaisseur des parois cellulaires et, par conséquent, la densité du bois.

Par ailleurs, la densité peut varier au sein d'une même espèce ainsi qu'au sein d'un même arbre. Cette variabilité peut s'expliquer par deux facteurs. D'une part, par la variation de la proportion de bois initial (moins dense) et de bois final (plus dense) dans les cernes d'accroissement. En effet, certains arbres produisent des cernes plus larges avec une proportion plus importante de bois initial, tandis que d'autres produisent des cernes plus étroits avec une proportion plus importante de bois final. D'autre part, par la variation de la densité sur le diamètre du bois. Au fur et à mesure du vieillissement de l'arbre, les vaisseaux ou trachéides situés le plus à l'intérieur de l'aubier se bouchent lors du processus de duraminisation, conduisant dès lors à une augmentation de la densité.

Le bois étant un matériau hygroscopique, les changements de température et d'humidité relative de l'air ambiant entraînent un changement de teneur en eau du bois et par conséquent une variation dimensionnelle, qu'on qualifie de gonflement ou de retrait. Il est donc important d'exprimer la densité ou masse volumique du bois en précisant sa teneur en eau. En général, la densité et l'ensemble des caractéristiques physico-mécaniques du bois sont exprimées pour une teneur en eau de 12 %.

Le peuplier présente une masse volumique comprise entre 430 et 530 kg/m<sup>3</sup>. Pour mettre ces valeurs en perspective, le chêne pédonculé possède une masse volumique qui s'étend de 640 à 780 kg/m<sup>3</sup> et le hêtre commun une masse volumique variant entre 680 et 830 kg/m<sup>3</sup>. Les résineux affichent quant à eux des masses volumiques plus faibles et proches de celle du peuplier, avec des valeurs comprises entre 480 et 580 kg/m<sup>3</sup> pour le pin sylvestre et entre 460 et 560 kg/m<sup>3</sup> pour l'épicéa commun [Granta EduPack].

### Dureté

La dureté caractérise la résistance mécanique d'un matériau à la pénétration d'un autre corps plus dur. La dureté du bois varie selon l'essence et est dépendante de la largeur des cernes annuels et de la densité. La dureté est en effet étroitement liée à la densité : les bois les plus denses sont les plus durs et les bois les plus légers sont les plus tendres [18].

La dureté du bois est déterminée au moyen d'essais normalisés tels les essais Vickers ou Brinell. La dureté Vickers (HV) est déterminée par la mesure des diagonales de l'empreinte laissée dans le bois par un pénétrateur en diamant de forme pyramidale [9]. La dureté Brinell (HB) est quant à elle évaluée en mesurant le diamètre de l'empreinte laissée par la pénétration d'une bille sphérique dans le bois. Ces essais sont détaillés à la section 3.2.3.

Si la dureté est moins déterminante pour les applications structurales (bien qu'elle soit liée à la limite d'élasticité et au module de Young), elle est en revanche primordiale pour les utilisations au sol telles que les parquets, les terrasses ou les escaliers.

Le peuplier affiche une amplitude de dureté longitudinale s'étendant de 2,85 à 3,48 HV. À titre de comparaison, le chêne pédonculé présente une dureté longitudinale comprise entre 6,78 et 8,28 HV, tandis que le hêtre commun affiche une plage de 7,77 à 9,50 HV, le pin sylvestre de 3,56 à 4,35 HV et l'épicéa commun de 3,26 à 3,99 HV [Granta EduPack]. Ces valeurs de dureté, en relation avec les données de densité mentionnées précédemment, mettent en évidence le lien étroit entre la densité et la dureté du bois.

## Comportement mécanique

Le bois soumis à une contrainte  $\sigma$  subit une déformation  $\epsilon$ . Ce comportement peut être représenté dans un diagramme contrainte-déformation, illustré à la Figure 1.4.

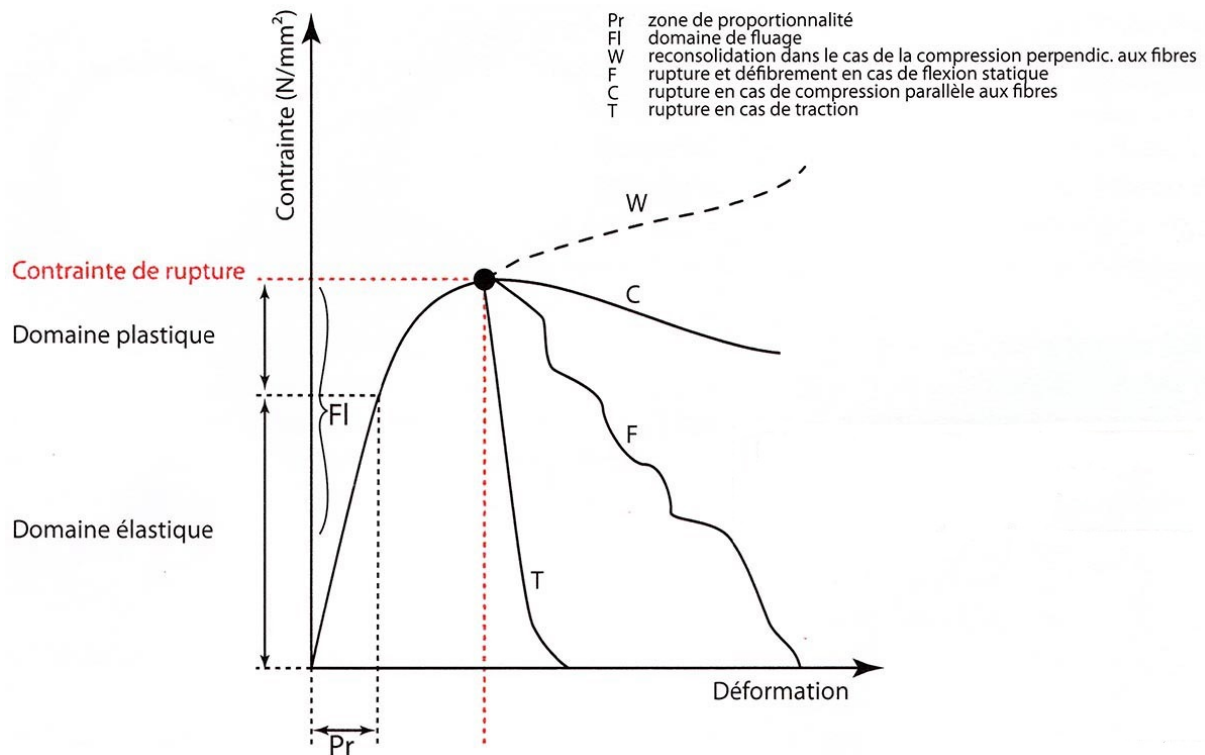


FIGURE 1.4 – Diagramme contrainte-déformation du bois [18]

Le diagramme contrainte-déformation présente trois zones caractéristiques [18] :

1. La zone élastique. En-dessous d'une contrainte limite, propre à chaque matériau, la relation entre la contrainte  $\sigma$  et la déformation  $\epsilon$  est linéaire et réversible. Le rapport contrainte/déformation est donc constant dans cette zone et est appelé module d'élasticité  $E$ . Il est donné par la loi de Hooke :

$$E = \frac{\sigma}{\epsilon} \quad [GPa] \quad (1.2)$$

Le module d'élasticité définit l'aptitude d'un matériau à se déformer de manière élastique et réversible. Il est représenté par la pente de la droite dans la zone élastique et caractérise la rigidité d'un matériau. Plus sa valeur est faible, plus ce matériau est élastique. Au contraire, plus elle est élevée, plus le matériau est rigide. En raison de l'anisotropie du bois, le module d'élasticité est variable selon la direction considérée, avec des valeurs d'un ordre de grandeur  $E_l \gg E_r > E_t$  [18].

Dans la zone élastique, le matériau reprend sa forme d'origine lorsque la sollicitation cesse.

2. La zone plastique. Au-delà d'une certaine contrainte, appelée limite d'élasticité  $f_y$ , et jusqu'à la contrainte limite de rupture  $\sigma_r$ , la relation contrainte/déformation n'est plus linéaire ni réversible. Une déformation résiduelle demeure lorsque les sollicitations cessent. On parle de déformation permanente ou plastique. Dans le bois, la limite d'élasticité  $f_y$  se situe entre 45 % et 65 % de la contrainte de rupture  $\sigma_r$ .
3. La zone de rupture. Lorsque la contrainte de rupture  $\sigma_r$  est atteinte, le bois se dégrade de manière irréversible. Cette dégradation consiste en un défibrage dans le cas d'un effort de traction et en une pliure des fibres dans le cas d'un effort de compression.

Le peuplier affiche une résistance à la flexion comprise entre 57,6 et 70,4 MPa. En comparaison, le chêne pédonculé présente une résistance à la flexion s'étendant de 88,7 à 109 MPa, le hêtre commun de 97,2 à 119 MPa, le pin sylvestre de 81 à 99 MPa et l'épicéa commun de 70,2 à 85,8 MPa [Granta EduPack]. Au même titre que pour la dureté, ces valeurs de résistance à la flexion sont en lien étroit avec la densité de ces essences.

### Propriétés thermiques

En ce qui concerne les propriétés thermiques du bois, deux aspects sont à considérer : la dilatation sous l'effet d'une variation de température et la conductibilité du bois.

La dilatation thermique est la variation de longueur  $\Delta L$  d'une pièce de bois soumise à une variation de température  $\Delta T$ . Elle se calcule par [18] :

$$\Delta L = \alpha_T \cdot \Delta T \cdot L \quad [m] \quad (1.3)$$

Le paramètre  $\alpha_T$  [ $K^{-1}$ ] est le coefficient de dilatation thermique. Il est très faible pour le bois, c'est pour cette raison que la dilatation thermique du bois est presque toujours négligée dans la construction. Il faut cependant noter que, du fait de l'anisotropie du bois, le coefficient de dilatation thermique, même s'il reste très faible, présente de fortes variations selon l'orientation considérée. La dilatation est ainsi dix fois plus importante dans le sens transversal que dans le sens longitudinal [18].

La conductibilité thermique est la propriété que possède un matériau de transmettre la chaleur. Plus la conductibilité d'un matériau est faible, plus ce matériau est performant du point de vue de l'isolation thermique. La structure cellulaire du bois et son anisotropie lui confèrent une faible conductibilité thermique. Ces caractéristiques permettent au bois d'être à la base de matériaux d'isolation mais également de matériaux coupe-feu, notamment avec les produits dérivés du bois. La conductibilité du bois est positivement corrélée au taux d'humidité ainsi qu'à la densité [18].

### **Durabilité naturelle**

La durabilité naturelle vis-à-vis des champignons et des insectes xylophages est variable selon les essences. Il existe un classement de durabilité vis-à-vis de ces risques, qui ne concerne que le bois parfait. Les bois peu ou non durables peuvent être traités par imprégnation chimique afin d'en améliorer la résistance. Le bois parfait est généralement moins imprégnable que l'aubier, plus poreux [16]. Si cette propriété est défavorable pour l'application de certains traitements, cela constitue un atout contre la variation d'humidité et la mouillabilité. Les bois sont également plus ou moins imprégnables selon les essences.

### **1.1.5 Le bois et l'eau**

#### **Hygroscopie**

Le bois est un matériau hygroscopique. Il a la capacité d'absorber l'eau de l'air ambiant et de la restituer ultérieurement, lorsque l'air est plus sec. Cette capacité dépend directement de l'humidité relative et de la température de l'air. Les changements d'humidité du bois entraînent une variation dimensionnelle caractérisée par un gonflement ou un retrait.

Le bois est constitué de trois types d'eau :

- L'eau libre, qui remplit les cavités cellulaires et se déplace librement dans le bois.
- L'eau liée, contenue à l'intérieur des parois cellulaires et liée à la cellulose, la lignine et aux hémicelluloses via des ponts hydrogène. On peut l'extraire par séchage sans altérer les propriétés du bois.
- L'eau de constitution, liée chimiquement et qui appartient à la matière organique elle-même. Elle ne peut en sortir sans altération et destruction du bois et elle n'est pas prise en compte lors du calcul de la teneur en eau du bois.

L'eau peut également exister sous forme de vapeur dans les lumens et les micropores des parois cellulaires [29].

Au moment de l'abattage, la plupart des feuillus ont un taux d'humidité de 80–100 % contre 100–150 % pour les résineux. Le peuplier peut quant à lui atteindre un taux d'humidité de 200 %.

Après l'abattage, le bois est séché de manière naturelle ou artificielle. Lors du séchage, l'eau libre s'évacue totalement des cavités cellulaires mais les parois restent imprégnées d'eau. Ce stade est appelé "Point de Saturation des Fibres" (PSF) et correspond à un taux d'humidité d'environ 25–30 % (variable selon les essences). L'évacuation de l'eau libre n'a aucune incidence ni sur les propriétés mécaniques ni sur le volume du bois.

S'ensuit une perte de l'eau liée jusqu'à une teneur en eau d'équilibre hygroscopique dépendante de l'humidité relative de l'air et de la température. Cette fois, cette perte d'eau est accompagnée de grandes variations de volume. Le bois se rétracte en séchant et gonfle en absorbant de l'humidité. Puisque l'eau liée se lie aux polymères de la paroi cellulaire, cette dernière est de ce fait à l'origine des propriétés hygroscopiques du bois.

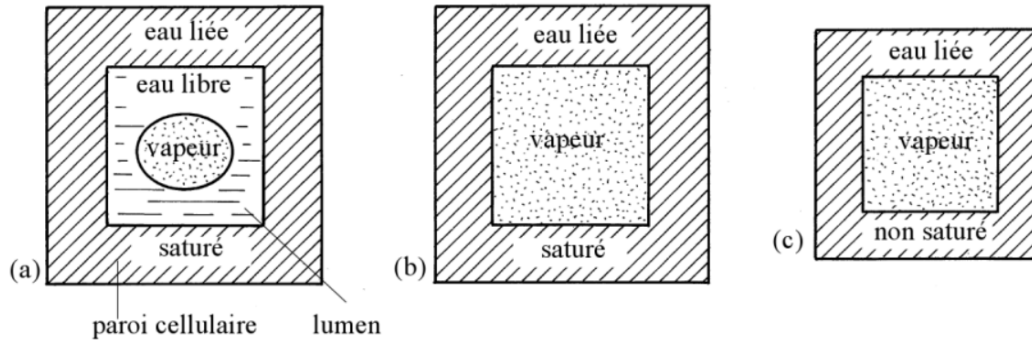


FIGURE 1.5 – Représentation schématique des trois états de l'eau dans le bois : (a) au-dessus du PSF ; (b) au PSF ; (c) en-dessous du PSF [29]

La teneur en eau  $H$  est définie comme le rapport entre la masse d'eau contenue dans le bois et la masse de bois à l'état sec, anhydre [18].

$$H = \frac{\text{Masse humide} - \text{Masse anhydre}}{\text{Masse anhydre}} \times 100 \quad [\%] \quad (1.4)$$

La mesure du taux d'humidité peut se faire selon trois méthodes : par dessiccation, par mesure de la résistivité électrique ou par mesure de la constante diélectrique [18].

La mesure par dessiccation repose sur la pesée d'un échantillon suivie de la pesée du même échantillon à l'état anhydre, après passage en étuve à 103 °C jusqu'à stabilisation de sa masse. Cette mesure est très fiable et d'une grande précision [18].

La mesure de la résistivité électrique est réalisée à l'aide d'un humidimètre à pointes. Deux électrodes sont enfoncées dans le bois et mesurent la résistance au passage d'un courant électrique. Cette résistance est directement liée à la teneur en eau du bois et est d'autant plus faible que le bois est humide. Cette mesure est fiable et couramment utilisée [18].

La mesure de la constante diélectrique se réalise au moyen d'un champ haute fréquence créé au sein de l'échantillon. Cette méthode est cependant peu fiable [18].

### Variations dimensionnelles

Les variations dimensionnelles sont directement liées aux variations du taux d'humidité du bois en-dessous du point de saturation des fibres [18].

La variation dimensionnelle  $\Delta L$  suivant un changement d'humidité est donnée par [18] :

$$\Delta L = \frac{\alpha \cdot \Delta H \cdot L}{100} \quad [m] \quad (1.5)$$

Avec :  $\alpha$  = Coefficient spécifique de retrait et de gonflement [/ $\%$ ]

$\Delta H$  = Variation de la teneur en eau [/ $\%$ ]

$L$  = Longueur initiale du bois dans la direction considérée [m]

Les mouvements du bois désignent la variation de volume que le bois subit lorsque son humidité est modifiée. Sous le point de saturation des fibres, la variation de volume est quasi-linéaire. Au-delà, la variation de la teneur en eau n'a plus aucun effet sur le volume. Cela confirme que l'eau liée est bien la seule responsable du retrait et du gonflement du bois.

Du fait de son anisotropie, le bois se rétracte et se dilate différemment selon la direction. Dans le sens longitudinal, le gonflement est négligeable (0,1–0,3 %). En revanche, il devient significatif dans le sens radial (3–8 %) et tangentiel (5–12 %). Les rapports moyens entre le retrait longitudinal, radial et tangentiel sont généralement d'environ 1 : 100 : 200 [18]. Le retrait ou gonflement volumique du bois entre le point de saturation des fibres et l'état anhydre est considérable et peut atteindre plus de 18 % [29].

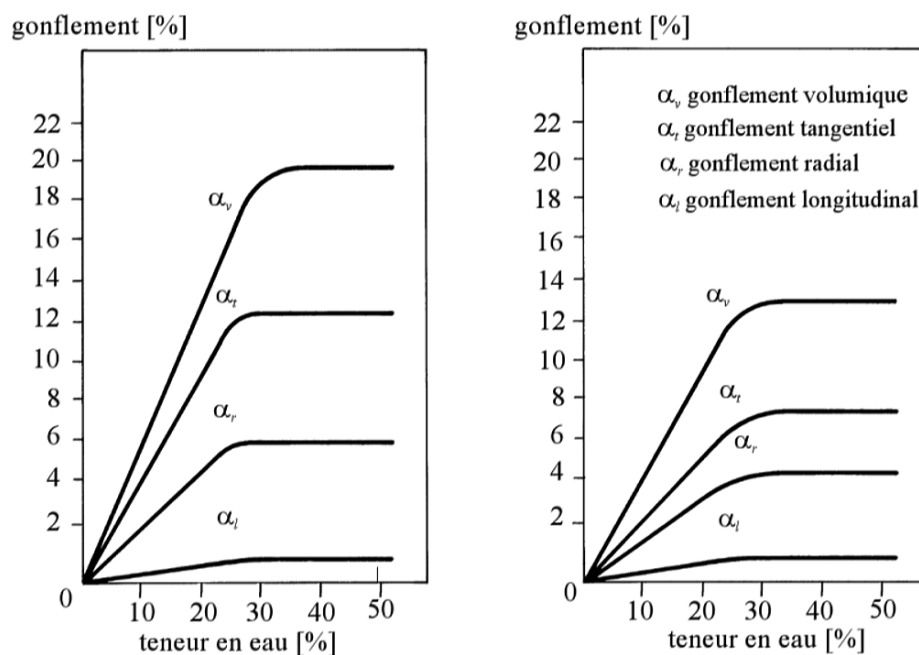


FIGURE 1.6 – Courbes de gonflement volumique et directionnel du hêtre (gauche) et du pin (droite) [29]

## 1.2 Caractéristiques du peuplier

Le bois utilisé dans le cadre de ce travail est le peuplier tremble (*Populus tremula*).

Il existe au total 39 espèces de peupliers, principalement répandues dans l'hémisphère nord, dans les zones tempérées et boréales. Du point de vue économique, seules quelques espèces botaniques sont cultivées, dont les principales sont le peuplier tremble (*Populus tremula*), le peuplier blanc (*Populus alba*) et le peuplier noir (*Populus nigra*). La majorité de la production provient en effet des hybrides interspécifiques, en particulier des hybrides américains [16].

Le peuplier est une espèce pionnière et en possède toutes les caractéristiques, notamment la vitesse de croissance. Historiquement, il était principalement cultivé dans les vallées et les zones humides. Cependant, grâce aux cultivars développés depuis le milieu du 20<sup>e</sup> siècle, il peut désormais être cultivé sur une grande variété de sols, même peu fertiles. L'arbre peut dépasser 40 mètres de hauteur avec une circonférence de plus de 3 mètres. Toutefois, dans les exploitations, les cultivars sont généralement abattus à une hauteur comprise entre 8 et 10 mètres [16].

Quelle que soit l'espèce, le bois de peuplier présente à peu près toujours la même couleur et les mêmes qualités et défauts. D'un aspect clair allant de blanc jaunâtre à grisâtre, il a une structure généralement droite et une texture homogène. Après la coupe, il dégage une odeur forte et caractéristique, qui disparaît totalement au séchage. Il est peu durable car sensible aux attaques de champignons lorsque le taux d'humidité est élevé. Cependant, il accepte bien le traitement en autoclave, ce qui lui donne une bonne durabilité artificielle. Le bois de peuplier est relativement facile à travailler. Le séchage, qu'il soit naturel ou artificiel, est rapide. Le sciage ne présente pas de difficulté particulière, bien que la présence fréquente de bois de tension puisse entraîner l'apparition de surfaces pelucheuses. Le peuplier supporte également bien le déroulage et le tranchage. Pour le rabotage, le ciselage et les autres techniques du même type, l'usage de lames parfaitement aiguisées est recommandé en raison de sa tendance au peluchage [16].

Le peuplier, ainsi que d'autres espèces à croissance rapide, contribue à augmenter la résilience des écosystèmes forestiers. Une forêt uniquement constituée d'essences denses à fort potentiel économique est très vulnérable aux attaques extérieures. De plus, le réchauffement climatique et l'émergence de nouvelles maladies sont également des facteurs de pression qui agissent sur les forêts. Cela explique le développement du concept de "forêt mosaïque" qui vise à diversifier les forêts à tous les niveaux afin de favoriser la résilience et la biodiversité des écosystèmes forestiers.

Les propriétés du peuplier brut aux conditions ambiantes sont données à la Table 1.1.

Propriétés	Valeurs	
Masse volumique	430 - 530	kg/m <sup>3</sup>
Module de Young	9 - 11	GPa
Limite d'élasticité	34,6 - 42,3	MPa
Contrainte de rupture en flexion	57,6 - 70,4	MPa
Dureté longitudinale	2,85 - 3,48	HV
	24,3 - 29,7	HB
Dureté transversale	2,24 - 2,74	HV
	9,9 - 12,1	HB
Conductivité thermique longitudinale	0,21 - 0,26	W/m.°C
Conductivité thermique transversale	0,14 - 0,16	W/m.°C

TABLE 1.1 – Propriétés du peuplier brut aux conditions ambiantes [Granta EduPack]

Le peuplier est utilisé pour la fabrication de panneaux de fibres et de contreplaqués servant à des fins structurales ou d'aménagement intérieur. Il est également utilisé en caisserie et emballage ou pour la fabrication d'allumettes ou de pâte à papier. Ces applications ne nécessitent pas de bois à propriétés mécaniques élevées, ce qui rend l'usage du peuplier approprié.

### 1.3 Mécanismes de la densification thermo-hydro-mécanique (THM)

L'action de comprimer le bois dans la direction radiale vise à réduire le volume des lumens dans le bois et par conséquent augmenter sa densité. Ce procédé est connu sous le nom de densification [12]. Puisque la densité du bois est étroitement liée à ses propriétés mécaniques, la densification permet d'améliorer les performances mécaniques et le spectre d'utilisation du bois. Les produits en bois densifié peuvent dès lors être compétitifs pour des usages où le bois est généralement considéré comme trop mou ou trop faible.

Le comportement mécanique du bois lors de la densification est influencé par de nombreux facteurs tels que la température, la teneur en eau, la pression mécanique, le ratio de compression et la durée de traitement [12]. Ces facteurs ne sont d'ailleurs pas indépendants et interagissent entre eux. La densification du bois est donc un procédé complexe, d'autant plus que la modification d'un facteur peut avoir des effets opposés sur certaines caractéristiques mécaniques. Il est par conséquent nécessaire d'étudier les différents facteurs d'influence et leurs interactions afin de déterminer les conditions optimales de densification, en fonction de la finalité recherchée.

La densification thermo-hydrromécanique (THM) est un procédé qui implique la combinaison de la chaleur, de l'humidité et de la pression mécanique pour densifier le bois.

Ce processus se déroule généralement en quatre étapes [25] :

1. Le ramollissement du bois par le biais de la vapeur et de la température ;
2. La densification du bois par compression ;
3. Le post-traitement afin de fixer la déformation ;
4. Le refroidissement.

Plusieurs mécanismes interviennent lors de la densification THM. Cette section aborde l'effet de la température et de la teneur en eau sur le comportement du bois ainsi que le transfert de chaleur et le mouvement de l'humidité se produisant lors de la densification. Elle présente ensuite les modifications structurales inhérentes à la densification et enfin la relaxation des contraintes internes accumulées lors de la compression. Il est essentiel de comprendre et maîtriser ces mécanismes afin de contrôler et d'optimiser le procédé de densification.

### 1.3.1 Effet de la température et de la teneur en eau sur le comportement du bois

Le bois est qualifié de matériau viscoélastique car son comportement mécanique se situe entre celui des solides élastiques et celui des fluides visqueux [41]. En raison de sa nature viscoélastique, ses propriétés mécaniques dépendent dès lors du temps, de la température et de l'humidité.

En termes relatifs, à court terme, à basse température et à faible taux d'humidité, le bois présente un comportement vitreux qui peut être défini comme rigide et fragile. À long terme, à des températures élevées et à des taux d'humidité élevés, le bois présente un comportement caoutchouteux que l'on peut qualifier de ductile et élastique [21].

La phase de transition se produit entre ces deux régions distinctes et la température associée au changement de phase est appelée température de transition vitreuse  $T_g$  [21]. Lorsque la température du bois dépasse cette température de transition vitreuse, la mobilité des polymères et le réarrangement des molécules sont favorisés par la diminution des cohésions inter- et intramoléculaires (forces de Van der Waals et ponts hydrogène). Une déformation importante peut alors se produire sans fracture ou avec des fractures ductiles. De nombreuses propriétés des polymères changent radicalement lorsque le matériau dépasse cette température. Le module d'élasticité chute et est de l'ordre du MPa, soit 3 000 à 4 000 fois moins qu'à l'état vitreux. Les taux d'élongation à la rupture à l'état caoutchouteux sont compris entre 500 et 1 000 %, contre 5 à 10 % à l'état vitreux [29].

Il est important de distinguer la température de transition vitreuse des composants du bois isolés de celle des composants natifs, tels qu'on les trouve réellement dans le bois (Figure 1.7). La cellulose, la lignine et les hémicelluloses sont liées chimiquement dans le bois. Ces liaisons ont pour effet d'éloigner leur température de transition vitreuse de celle de ces mêmes composants isolés.

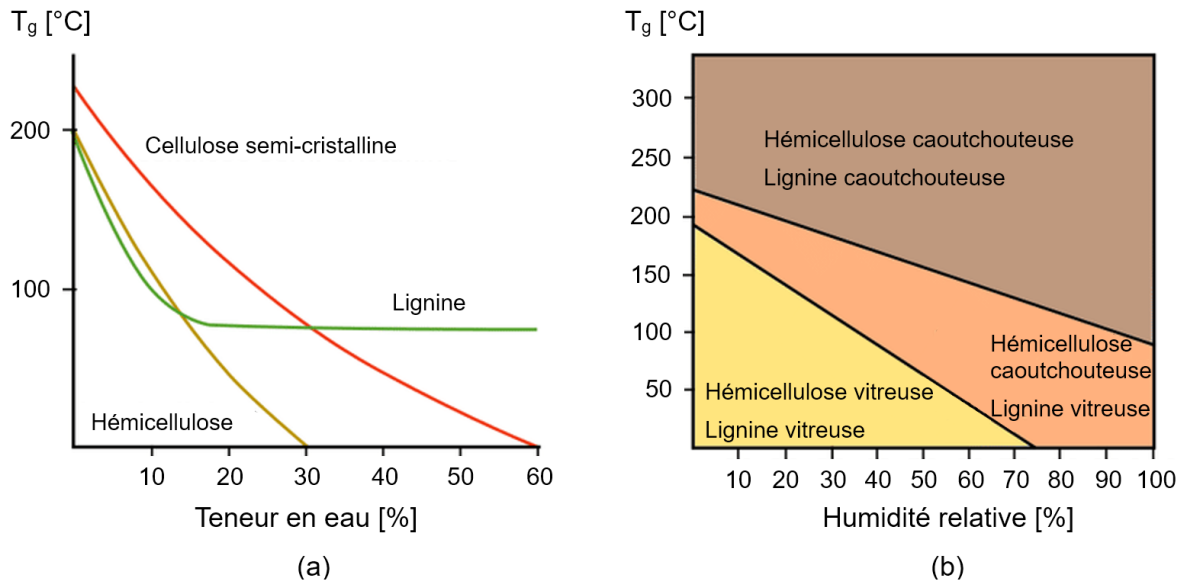


FIGURE 1.7 – Température de transition vitreuse des constituants isolés (a) et de la matrice hémicellulose-lignine (b) [30]

La température de ramollissement du bois est fortement influencée par sa teneur en eau. En effet, l'augmentation de la teneur en eau diminue la température de transition vitreuse des composants amorphes du bois. Les molécules d'eau plastifient les polymères du bois et forment des liaisons avec les molécules de polymère et les écartent, réduisant alors leurs interactions et donnant plus d'espace à ces dernières pour se déplacer. L'humidité augmente donc la distance intermoléculaire et le volume libre du système. Le bois se déforme plus facilement et la température de transition vitreuse est abaissée [21]. La diminution de la température de transition vitreuse avec l'augmentation de la teneur en eau suit un schéma négatif presque linéaire pour la cellulose semi-cristalline et les hémicelluloses isolées. La lignine présente quant à elle une forte diminution de la température de transition vitreuse jusqu'à une teneur en eau d'environ 15 % puis garde une valeur constante. A une humidité relative de 100 %, le bois présente une température de transition vitreuse d'environ 90 °C contre 160 °C à une humidité relative de 50 %, taux moyen dans une habitation.

Par ailleurs, l'exposition du bois à des températures élevées influence également son comportement lors de la densification par la dégradation des polymères, en particulier des hémicelluloses, qu'elle engendre. La dégradation des hémicelluloses se produit à 160 °C [8] et elle permet le réarrangement des microfibrilles dans la matrice de lignine en diminuant la liaison entre la cellulose et la lignine. Ce réaménagement confère au bois une meilleure stabilité dimensionnelle grâce à cette nouvelle conformation plus

stable. La dégradation des hémicelluloses réduit par ailleurs l'hygroscopicité du bois, ce qui lui permet d'être plus stable dans des conditions d'humidité importante.

### 1.3.2 Transfert de chaleur et mouvement de l'humidité

Durant le procédé de densification thermo-hydrromécanique, la chaleur est transférée au bois via les deux plateaux de la presse. Toutefois, pour certaines applications, une densification de l'ensemble n'est pas nécessaire et la densification d'une seule surface est suffisante. Dans ce cas, seul l'un des plateaux est chauffé. Cela permet d'accélérer le processus de densification tout en limitant la perte de volume de bois [24].

Par conséquent, sous l'effet de la pression et de la chaleur, l'humidité présente dans le bois migre sous forme de vapeur vers le centre de l'échantillon et s'échappe par les faces latérales de celui-ci. Cette vapeur d'eau est essentielle non seulement pour ramollir le bois et lui permettre une déformation ductile, mais également pour lui assurer une plus grande stabilité dimensionnelle.

Le transfert de chaleur et le mouvement de l'humidité sont deux mécanismes intimement liés puisqu'ils interagissent de manière substantielle. Le transfert de chaleur se réalise par conduction et convection.

La conduction de la chaleur se produit lorsqu'il existe un gradient de température au sein d'un matériau. Les molécules de la région chaude s'agitent plus rapidement que celles de la région froide et transfèrent leur énergie par collision. Ce transfert d'énergie se poursuit jusqu'à ce que la température soit uniforme dans le matériau. La conductivité thermique définit la capacité d'un matériau à diffuser la chaleur.

La convection de la chaleur est un transfert d'énergie thermique qui s'accompagne d'un transport de matière à l'état de fluide. Ce fluide peut être un gaz ou un liquide. Dans le cas de la densification thermo-hydrromécanique, il s'agit de la vapeur d'eau.

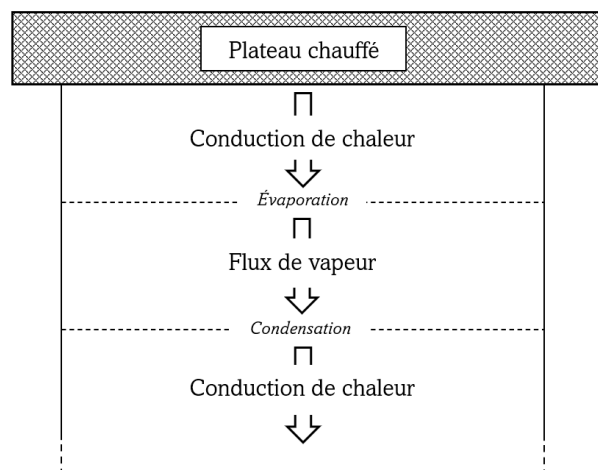


FIGURE 1.8 – Transfert de chaleur et mouvement de l'humidité dans le bois [12]

Comme l'illustre la Figure 1.8, la chaleur est transférée par conduction à partir des plateaux de la presse. L'eau présente dans les couches superficielles passe alors en phase gazeuse et se déplace sous forme d'un flux de vapeur contenant une certaine quantité de chaleur. Un gradient de température et de pression de vapeur est dès lors créé à l'intérieur de l'échantillon. Au contact d'une couche plus froide, la vapeur se condense et dégage de la chaleur. L'évaporation se poursuit lorsque la température de cette nouvelle couche est suffisamment élevée. L'humidité se déplace donc progressivement par évaporation et condensation au sein de l'échantillon [12].

La diffusion de l'eau et de la vapeur dans le bois est dépendante de la température, de la teneur en eau et de la direction. L'évolution du coefficient de diffusion avec la température suit une loi d'Arrhenius [32] [26] :

$$D = D_0 \cdot \exp\left(-\frac{E_b}{RT}\right) \quad [m^2/s] \quad (1.6)$$

Avec :  $D_0 =$  Constante d'Arrhenius [ $m^2/s$ ]

$E_b =$  Énergie d'activation du bois [ $Jmol^{-1}$ ]

$R =$  Constante des gaz parfaits [ $JK^{-1}mol^{-1}$ ]

$T =$  Température [ $K$ ]

La Figure 1.9 illustre le coefficient de diffusion transversal pour un bois de  $500 \text{ kg/m}^3$ , masse volumique semblable à celle du peuplier, en fonction de la teneur en eau et de la température. Une hausse de la température et de la teneur en eau entraîne donc une augmentation du coefficient de diffusion. Le coefficient de diffusion longitudinal est par ailleurs plus important que le coefficient de diffusion transversal, avec un rapport  $D_l/D_t$  d'environ 2,5 [2].

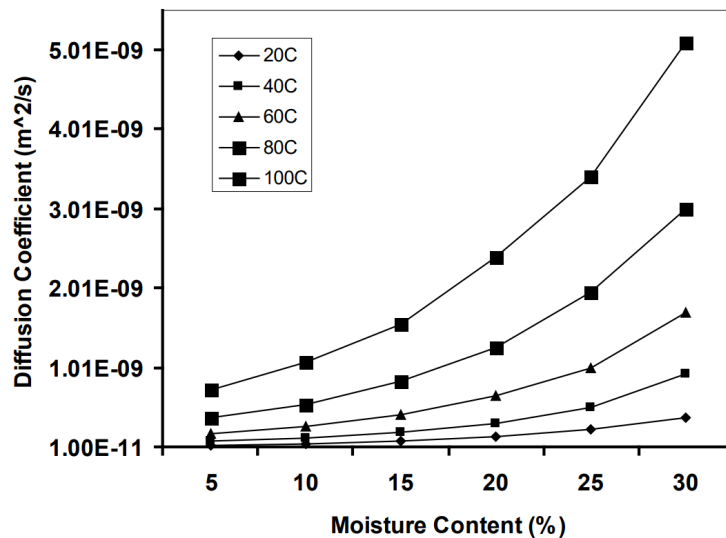


FIGURE 1.9 – Coefficient de diffusion transversal pour un bois de  $500 \text{ kg/m}^3$  en fonction de la teneur en eau et de la température [2]

### 1.3.3 Densification

Au cours du processus de densification, le comportement mécanique des parois cellulaires passe par trois étapes [23], illustrées à la Figure 1.10 :

1. Un flambement élastique linéaire initial, reflété dans la courte région élastique linéaire d'une courbe contrainte-déformation.
2. Un effondrement cellulaire non linéaire à long terme à un niveau de contrainte presque constant, c'est-à-dire que la déformation augmente rapidement mais que la contrainte reste presque constante. Les cellules subissent un endommagement mécanique et leur lumen commence à se fermer. La déformation se produit en premier lieu dans les cellules de printemps car celles-ci possèdent des parois plus fines que les cellules d'été. L'écrasement commence au niveau de l'interface entre la dernière rangée de cellules d'été et la première rangée de cellules de printemps et le phénomène se propage ensuite de proche en proche [29]. Au fur et à mesure de la fermeture des lumens, les points de contact entre les parois cellulaires des cellules de printemps se multiplient et la contrainte se transmet de manière plus importante.
3. Une forte augmentation de la contrainte avec la déformation après une majorité d'effondrement cellulaire. Lorsque la multiplication des points de contact s'est répandue dans toute la zone de printemps et que la contrainte est suffisamment élevée, les parois des cellules d'été commencent elles aussi à céder [29]. Ce phénomène se produit à un ratio de compression d'environ 35 % et résulte en une augmentation importante de la contrainte, qui s'explique par l'épaisseur plus importante des parois des cellules d'été et par la porosité plus faible dans cette zone. Lorsque toutes les parois cellulaires se sont déformées, la contrainte augmente de façon exponentielle car la surface de contact des parois s'étend largement. Une fois tous les lumens fermés, la déformation est totale et une densification plus importante conduirait à une compression de la paroi cellulaire elle-même et à une dégradation de sa microstructure [29].

La déformation totale peut être décomposée en déformation élastique, déformation viscoélastique et déformation plastique [12]. La déformation élastique linéaire est temporairement stockée dans les microfibrilles et sera instantanément libérée au moment de la décharge de la contrainte externe. Ce phénomène est inévitable et est appelé retour élastique. La déformation viscoélastique et la déformation plastique se produisent lorsque la contrainte dépasse la limite d'élasticité de la courbe contrainte-déformation. La déformation viscoélastique est partiellement recouvrable et peut être progressivement inversée avec le temps. La déformation plastique est en revanche irréversible et fixée de manière permanente dans le bois densifié.

Deux mécanismes sont responsables de la déformation plastique permanente : un remaniement structural et la dégradation chimique des constituants du bois.

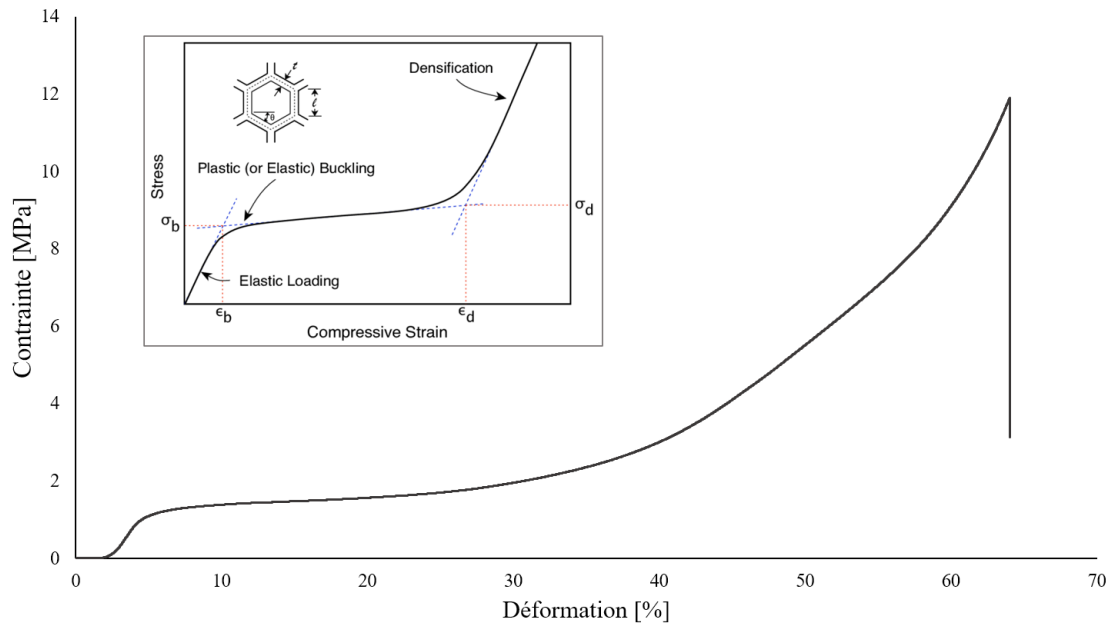


FIGURE 1.10 – Courbe contrainte-déformation typique de la densification THM [27]

À une température de densification inférieure à la température de transition vitreuse, l'endommagement est important et touche les rayons ligneux et les zones cellulaires fortement déformées [29]. Cet endommagement conduit à une réduction des caractéristiques mécaniques du bois et n'est donc pas souhaitable. Une température de densification supérieure à la température de transition vitreuse permet au bois de se ramollir et d'éviter un endommagement structural important. La déformation permanente est alors essentiellement due à la dégradation chimique des composants du bois.

Par conséquent, l'un des grands défis de la densification thermo-hydomécanique réside dans l'élimination, ou du moins la réduction, du retour viscoélastique et du recouvrement en épaisseur du bois densifié dus aux déformations élastiques et viscoélastiques, ceci afin d'augmenter sa stabilité dimensionnelle [23].

### 1.3.4 Relaxation des contraintes

Au cours de la densification, la déformation du bois s'accompagne du développement d'importantes contraintes internes. Ces contraintes internes peuvent engendrer un retour viscoélastique important.

Trois mécanismes fondamentaux ont été proposés afin de prévenir le retour viscoélastique en épaisseur [31] :

- La relaxation des contraintes internes stockées dans les microfibrilles et la matrice ;
- La formation de liaisons transversales entre les molécules des composants de la matrice ;

- L'isolement des polymères du bois (en particulier l'hémicellulose) de l'humidité et de la chaleur pour empêcher un nouveau ramollissement.

Aux conditions de température et d'humidité ambiantes, lorsque la structure du bois est contrainte à une nouvelle conformation, les liaisons covalentes (entre l'hémicellulose et la lignine) et les liaisons hydrogène (entre l'hémicellulose et la cellulose) ne sont pas rompues et reformées. La déformation est donc considérée comme métastable et elle peut être récupérée lorsque le bois est humidifié ou chauffé.

En revanche, dans des conditions de température et d'humidité élevées, la dégradation de l'hémicellulose permet un réarrangement des microfibrilles et de la matrice dans la nouvelle conformation, ce qui entraîne la relaxation des contraintes internes. Parmi les trois principaux composants du bois, les hémicelluloses sont en effet les moins aptes à résister à la chaleur. Ainsi, en présence de chaleur et de vapeur, elles peuvent se dégrader gravement et la connexion entre la cellulose et la lignine se retrouve affaiblie, permettant le réarrangement des microfibrilles dans la matrice de lignine. De plus, les hémicelluloses étant des polymères hydrophiles, leur dégradation réduit l'hygroscopicité du bois et améliore de ce fait sa stabilité dimensionnelle. La dégradation et l'hydrolyse de l'hémicellulose jouent donc un rôle essentiel dans la relaxation des contraintes internes.

La fixation des polymères dans cette nouvelle conformation se produit lorsque l'échantillon est refroidi à température ambiante. Les liaisons hydrogène entre les microfibrilles et les hémicelluloses se reforment et la lignine redevient à l'état vitreux. Les microfibrilles se retrouvent alors fixées à l'état déformé dans la matrice de lignine rigide.

La Figure 1.11 illustre la relaxation des contraintes se produisant lors du processus de densification thermo-hydomécanique.

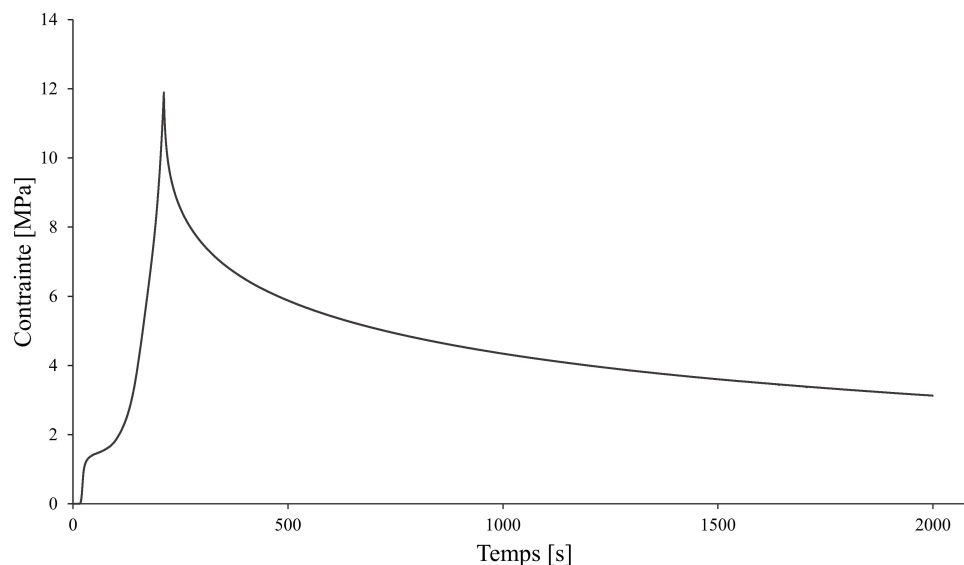


FIGURE 1.11 – Courbe contrainte-temps typique de la densification THM

### 1.3.5 Retour viscoélastique

Le bois densifié a tendance à partiellement reprendre sa forme initiale après la densification. En effet, un retour viscoélastique se produit à la suite de celle-ci, causé par la libération des contraintes internes subsistantes dans les échantillons. En outre, le bois étant un matériau hygroscopique, la perte d'humidité se produisant dans les échantillons lors de la densification sous l'effet de la température provoque également une reprise en épaisseur lorsque le bois est placé dans des conditions de température et d'humidité ambiantes ou immergé dans l'eau.

On distingue plusieurs notions, dont la définition varie selon les auteurs.

Le retour viscoélastique (spring-back, SB) comprend le retour élastique immédiat survenant à l'ouverture des plateaux de la presse, ainsi que la reprise en épaisseur obtenue lorsque les échantillons ont été conditionnés dans des conditions de température et d'humidité ambiantes.

Le taux de recouvrement, également appelé effet de mémoire de forme (compression set recovery, CSR), correspond quant à lui au recouvrement de l'épaisseur induite par le trempage des échantillons dans de l'eau pendant une durée déterminée.

## 1.4 Méthodes de densification dans la littérature

Le concept de densification du bois est connu depuis le début du 20<sup>e</sup> siècle, période à laquelle sont apparues les premières procédures de densification brevetées. Cependant, les phénomènes n'étaient pas complètement maîtrisés et ces brevets ne concernaient que la mécanique de compression. Ce n'est qu'ultérieurement que des études ont permis de comprendre les mécanismes sous-jacents à la reprise de forme du bois densifié. Entre 1930 et 1960, de nombreuses techniques telles que le traitement thermique et différents types de traitements chimiques ont été développées pour densifier le bois [21].

L'intérêt pour la densification du bois s'est accru ces dernières années en raison de la concurrence croissante d'autres matériaux et de la diminution de la qualité du bois de construction suite à l'exploitation de bois à croissance rapide. De nombreux procédés ont alors été développés par compression mécanique, par imprégnation chimique, ou par une combinaison de compression et d'imprégnation. D'autres méthodes plus innovantes existent également, comme l'élimination partielle de la lignine et de l'hémicellulose.

Cette section présente plusieurs procédés de densification thermo-hydrromécanique qui ont été décrits dans la littérature, en mettant en évidence leurs résultats et les conclusions qui peuvent en être tirées.

Outre les procédés de densification thermo-hydomécanique, les techniques de densification avec traitement chimique sont également couramment utilisées. Elles présentent toutefois des inconvénients tels que l'impact néfaste sur l'environnement et la santé ou la potentielle réduction de la durabilité du bois. Bien que cette voie ne soit pas explorée dans le cadre de ce travail, cette section présente également quelques techniques de densification avec traitement chimique afin de donner un aperçu de leur fonctionnement.

### 1.4.1 Densification thermo-hydomécanique

Une étude menée par Inoue et al. en 2008 [19] a analysé les effets du prétraitement avec vapeur sur le taux de recouvrement du bois densifié. Les échantillons ont été soumis à un prétraitement en autoclave en présence de vapeur, à des températures variant de 120 à 220 °C, pendant une durée de 10 minutes. Ces échantillons prétraités ont ensuite été comprimés dans la direction radiale, par pressage à chaud, jusqu'à atteindre 50 % de leur épaisseur initiale. La température des plateaux a été fixée à 20, 100 ou 180 °C et les durées de compression à 10, 30, 60, 120, 300 ou 1800 secondes.

La Figure 1.12 présente les résultats de cette étude. Afin de mesurer le taux de recouvrement, les échantillons comprimés ont d'abord été immergés dans de l'eau jusqu'à saturation, puis placés dans de l'eau bouillante pendant 30 minutes avant d'être séchés en étuve. Le taux de recouvrement s'est avéré presque constant pour les températures de prétraitement inférieures à 170 °C. Cependant, il a diminué de manière significative lorsque la température de prétraitement a dépassé 170 °C, atteignant une fixation quasi complète avec un prétraitement à 220 °C.

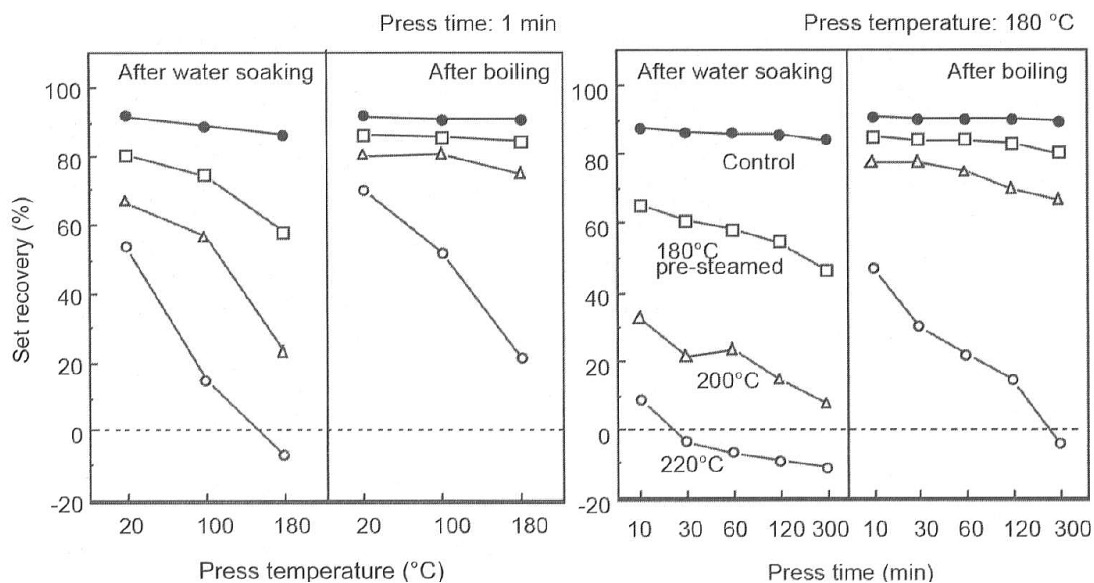


FIGURE 1.12 – Effet de la température et de la durée de compression sur le taux de recouvrement du bois densifié avec différents prétraitements [19]

En ce qui concerne la durée et la température de compression, elles ont eu un effet négligeable sur le taux de recouvrement des échantillons non prétraités. En revanche, pour les échantillons prétraités, le taux de recouvrement a généralement diminué avec l'augmentation de la durée et de la température de compression. Dans le cas des échantillons prétraités à 220 °C, la fixation de la forme a été obtenue après une durée de compression très courte, comprise entre 10 et 30 secondes pour une température de compression de 180 °C.

En 2017, Fu et al. ont étudié les effets de la chaleur et de la vapeur sur les propriétés mécaniques et la stabilité dimensionnelle de bois d'érable à sucre densifié thermo-hydrémécaniquement [13]. Le processus de densification a été réalisé à quatre températures (180, 190, 200 et 210 °C), avec ou sans injection de vapeur durant la compression. Pour ce faire, la compression a été effectuée via une presse à injection de vapeur équipée de trous d'injection répartis sur les deux plateaux de la presse.

Les résultats de cette étude sont présentés aux Figures 1.13 et 1.14. En l'absence de vapeur, les propriétés mécaniques ont augmenté avec la température de densification, mais sont restées relativement proches des valeurs du bois brut (à l'exception du traitement à 210 °C qui a mené à une augmentation considérable des propriétés mécaniques). En revanche, en présence de vapeur, l'effet de la température sur les propriétés mécaniques n'était plus significatif. Ces dernières étaient relativement équivalentes aux différentes températures de densification, sauf pour le traitement à 210 °C qui a entraîné une perte de poids importante et une diminution des propriétés mécaniques. Par ailleurs, les propriétés mécaniques étaient considérablement plus élevées en présence de vapeur. Concernant le taux de recouvrement, la température a eu un effet significatif à la fois en l'absence et en présence de vapeur. Le taux de recouvrement a diminué avec l'augmentation de la température, et cette diminution était plus prononcée en présence de vapeur.

Treatments	Compression set recovery (%) (n = 8)					Mean value (%) (n = 5)
	R1	R2	R3	R4	R5	
180 °C without steam	53.9	60.0	64.6	55.4	53.9	57.6 (4.7)
190 °C without steam	39.6	47.5	49.5	47.5	50.5	46.9 (4.3)
200 °C without steam	37.5	45.2	50.0	48.1	49.0	46.0 (5.1)
210 °C without steam	17.0	22.3	23.4	21.8	23.4	21.6 (2.7)
180 °C with steam	21.6	36.2	30.7	30.7	32.7	30.4 (5.4)
190 °C with steam	8.3	16.6	15.2	16.6	15.7	14.5 (3.5)
200 °C with steam	1.8	5.3	4.4	3.6	3.6	3.7 (1.3)
210 °C with steam	1.4	4.1	4.5	3.6	3.2	3.4 (1.2)

FIGURE 1.13 – Taux de recouvrement du bois densifié dans différentes conditions [13]

Treatments	Hardness (MPa) (n = 8)	Treatments	Bending strength(MPa) (n = 8)	Treatments	Bending stiffness (GPa) (n = 8)
Untreated	30.7 (2.2)	Untreated	148.3 (5.4)	Untreated	8.0 (0.3)
180 °C without steam	32.6 (4.3)	180 °C without steam	154.2 (10.6)	180 °C without steam	9.8 (0.5)
190 °C without steam	33.0 (3.6)	190 °C without steam	161.4 (17.5)	190 °C Without steam	10.9 (1.3)
200 °C without steam	35.0 (2.0)	200 °C without steam	168.2 (15.2)	200 °C without steam	11.5 (0.8)
210 °C without steam	43.7 (2.9)	210 °C without steam	195.7 (22.2)	210 °C without steam	14.8 (1.9)
180 °C with steam	44.2 (2.4)	180 °C with steam	214.1 (19.2)	180 °C with steam	15.0 (2.1)
190 °C with steam	44.6 (3.0)	190 °C with steam	202.0 (18.2)	190 °C with steam	15.5 (1.5)
200 °C with steam	43.3 (7.5)	200 °C with steam	213.9 (16.2)	200 °C with steam	17.8 (2.2)
210 °C with steam	38.7 (7.6)	210 °C with steam	191.5 (23.8)	210 °C with steam	17.8 (2.4)

FIGURE 1.14 – Propriétés mécaniques du bois densifié dans différentes conditions [13]

D’après ces deux études, on constate que l’influence de la vapeur sur les propriétés mécaniques et la stabilité dimensionnelle est plus importante que celle de la chaleur. Le bois densifié avec vapeur présente des propriétés mécaniques considérablement plus élevées que le bois densifié sans vapeur. De plus, la température de compression ne présente d’effet significatif sur les propriétés mécaniques qu’en l’absence de vapeur. La stabilité dimensionnelle du bois densifié en présence de vapeur est également supérieure à celle du bois densifié sans vapeur. En revanche, la température de compression a cette fois un effet significatif, à la fois en présence et en l’absence de vapeur. Il faut toutefois noter qu’en l’absence de vapeur, une température supérieure à 180 °C est nécessaire pour observer un effet sur la stabilité dimensionnelle.

Lors d’une étude menée en 2017, Bao et al. ont analysé les effets du taux de compression sur les caractéristiques du bois densifié thermo-hydromécaniquement [3]. Avant le processus THM, les échantillons ont été préalablement prétraités pour atteindre une teneur en eau de  $25 \pm 1\%$ . Les échantillons ont par la suite été densifiés à 160 °C et divers ratios de compression ont été étudiés : CR50, CR60, CR70 et CR75.

Leurs résultats montrent que le procédé THM a considérablement augmenté la résistance à la flexion (MOR) et le module d’élasticité (MOE), avec une augmentation d’autant plus marquée pour les taux de compression élevés (Figure 1.15). Ces résultats s’expliquent par la densité plus élevée générée par un ratio de compression plus important. De plus, il a été constaté que l’augmentation de la densité était approximativement proportionnelle à l’augmentation de la résistance du bois densifié.

Concernant le taux de recouvrement (SR) et l’absorption d’eau (WA), ceux-ci ont largement diminué avec l’augmentation du ratio de compression (Figure 1.16). L’absorption d’eau reflète le gain de poids entraîné par l’immersion dans l’eau. La diminution la plus importante de ces deux paramètres se produit entre CR60 et CR70 alors qu’on observe une diminution modérée entre CR50 et CR60 et entre CR70 et CR75. Avec CR75, l’absorption d’eau est quasi nulle. Le gain de stabilité dimensionnelle s’explique par la rupture des liaisons transversales responsables de l’effet de mémoire, associée à un ramollissement de la lignine et potentiellement la reformation de liaisons covalentes dans la position déformée.

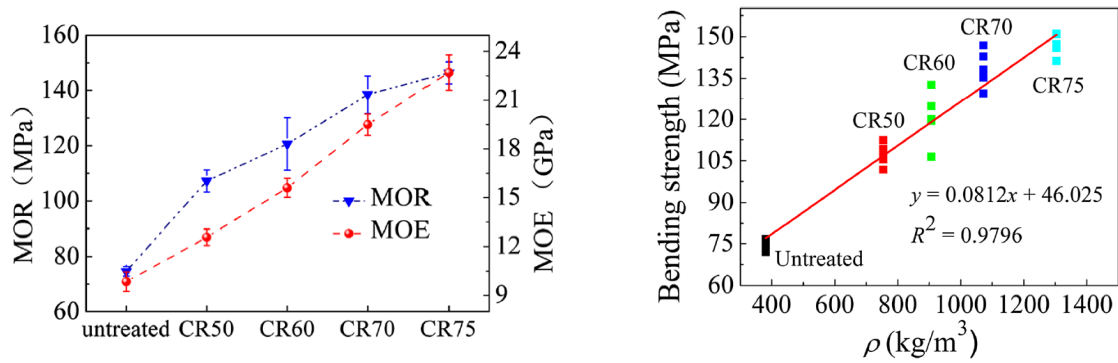


FIGURE 1.15 – Propriétés mécaniques du bois densifié et du bois brut [3]

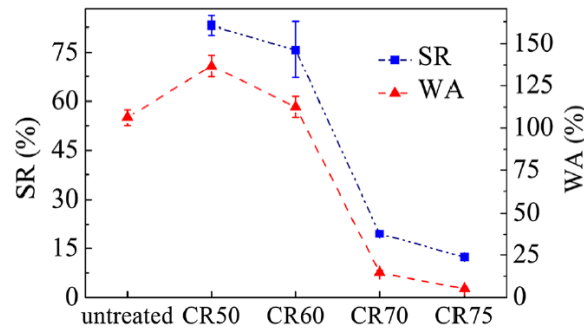


FIGURE 1.16 – Taux de recouvrement et absorption d'eau du bois densifié et du bois brut [3]

Cette étude démontre qu'une augmentation du ratio de compression conduit, dans certaines conditions de densification, à des propriétés mécaniques plus élevées ainsi qu'une plus grande stabilité dimensionnelle. Pour obtenir ces résultats, il est essentiel de réaliser un prétraitement afin d'augmenter la teneur en eau des échantillons préalablement à la compression. De plus, cette étude a montré qu'une compression à 180 °C entraînait une réduction significative des propriétés mécaniques pour des ratios de compression élevés. En conclusion, des ratios de compression importants entraînent une augmentation significative des propriétés mécaniques et de la stabilité dimensionnelle, à condition de prétraiter le bois avec de la vapeur et de le densifier à des températures modérées.

## 1.4.2 Densification avec traitement chimique

### *Imprégnation chimique*

Jusqu'à présent, les systèmes de résine phénol-formaldéhyde (PF) hydrosolubles et de faible poids moléculaire ont été les procédés d'imprégnation par gonflement de la paroi cellulaire les plus largement étudiés. Ces résines PF ont un effet ramollissant, comme la vapeur ou la chaleur, qui plastifie la paroi cellulaire du bois. Dans cet état ramolli, la compression appliquée en présence de chaleur permet non seulement la déformation des parois cellulaires sans fracture, mais aussi le durcissement de la résine alors que le bois est dans sa forme comprimée et densifiée. En pénétrant et en gonflant la paroi

cellulaire, les résines PF contribuent également à accroître la stabilité dimensionnelle en réduisant son caractère hygroscopique [15].

En 2009, Gabrielli et al. ont réalisé une étude combinant l'imprégnation de résine phénol-formaldéhyde avec le processus de compression thermique viscoélastique (VTC) [15]. Deux types de résines de poids moléculaire moyen de 172 et 780 ont été utilisés. Les échantillons ont été imprégnés dans des solutions aqueuses de PF à des concentrations de 5, 10 et 20 %. Le processus VTC a impliqué une séquence dynamique de chaleur, de vapeur et de compression mécanique. Les échantillons ont d'abord été exposés à une vapeur saturée à 860 kPa pendant 3 minutes, puis ont subi une compression mécanique à 1 400 kPa pendant 2 minutes et enfin une compression finale jusqu'à l'épaisseur cible à 190 °C pendant 5 minutes. Après la densification, les échantillons ont été séchés uniformément à 103 °C pendant 24 heures pour atteindre une teneur en eau homogène.

Afin de déterminer leur stabilité dimensionnelle, les échantillons densifiés ont subi 24 heures de trempage dans de l'eau à température ambiante et 2 heures d'ébullition. Les échantillons traités au PF, à tous les niveaux de concentration, ont montré des niveaux élevés de stabilité dimensionnelle par rapport aux échantillons non imprégnés. La résine PF de poids moléculaire plus élevé a induit une plus grande stabilité, avec un gonflement en épaisseur moyen de 12 % contre 20 % pour le traitement avec la résine PF de poids moléculaire plus faible et 37 % pour les échantillons témoins. Les traitements à base de résine PF se sont également avérés extrêmement efficaces pour réduire le gonflement irréversible. Le gonflement irréversible des échantillons traités avec les résines à faible poids moléculaire et de poids moléculaire élevé était respectivement 5 et 7 fois inférieur à celui des échantillons non-traités.

Les deux types de résines, à tous les niveaux de concentration, ont toutefois réduit le module de Young par rapport aux échantillons témoins. L'analyse par calorimétrie à balayage différentiel a révélé des pics de polymérisation entre 120 °C et 140 °C pour les deux résines PF, ce qui suggère qu'une certaine pré-polymérisation pourrait se produire lors du processus VTC avant l'application de la compression finale. De cette manière, le réseau rigide de PF aurait pu se fracturer lors de la compression et n'aurait apporté que peu, voire pas d'augmentation de rigidité aux échantillons. Il est donc nécessaire d'avoir une maîtrise et une compréhension approfondie de ces phénomènes complexes afin d'optimiser ce procédé de densification.

### *Élimination partielle de la lignine et de l'hémicellulose*

Dans une étude de 2018, Song et al. ont rapporté un processus de densification en deux étapes qui implique l'élimination partielle de la lignine et de l'hémicellulose du bois naturel par ébullition dans un mélange aqueux de NaOH et de Na<sub>2</sub>SO<sub>3</sub> suivie d'un pressage à chaud [38].

Ce traitement chimique entraîne une réduction substantielle de la teneur en lignine et en hémicellulose du bois naturel, mais seulement une réduction modérée de la teneur en cellulose, principalement en raison des stabilités différentes de ces trois composants dans la solution NaOH/Na<sub>2</sub>SO<sub>3</sub>. La dégradation partielle de la lignine et des hémicelluloses des parois cellulaires du bois rend ce dernier plus poreux et moins rigide. Lors du pressage à chaud à 100 °C, les cavités ainsi que les parois cellulaires poreuses du bois s'effondrent entièrement, ce qui donne un échantillon de bois densifié dont l'épaisseur est réduite à environ 20 % et dont la densité est multipliée par trois (Figure 1.17). En revanche, le pressage à chaud de bois naturel sans dégradation partielle de la lignine et des hémicelluloses ne peut densifier le bois que modérément, laissant de nombreux espaces entre les parois cellulaires effondrées.

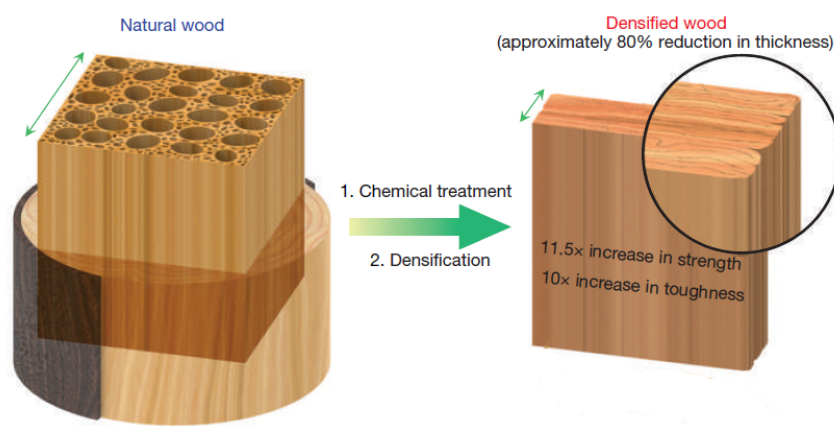


FIGURE 1.17 – Traitement par élimination partielle de la lignine et de l'hémicellulose

Le bois densifié a présenté une résistance à la traction 11,5 fois supérieure à celle du bois naturel non traité, surpassant également celle des plastiques typiques et d'autres bois densifiés. De même, sa dureté a considérablement augmenté, atteignant 30 fois celle du bois naturel. La résistance à la flexion du bois densifié est environ 6 fois et 18 fois plus élevée que celle du bois naturel, respectivement dans la direction de croissance et perpendiculairement à celle-ci. Concernant la résistance à la compression, le bois densifié se montre, par rapport au bois naturel, environ 5,5 fois plus résistant dans le sens de croissance et 43 fois plus résistant perpendiculairement à celui-ci. Par ailleurs, le bois densifié est stable sous l'effet de l'humidité. Exposé à une humidité relative de 95 % pendant 128 heures, le bois densifié n'a présenté qu'un gonflement de 8,4 %, tout en maintenant une résistance à la traction encore 10,6 fois supérieure à celle du bois naturel dans l'environnement ambiant. De plus, grâce à un traitement de surface standard, le bois densifié s'est révélé résistant à l'humidité.

En résumé, Song et al. ont obtenu un bois d'une masse volumique extrêmement élevée (1300 kg/m<sup>3</sup>) et d'une résistance remarquable, faisant de celui-ci une alternative performante et légère aux métaux et alliages structuraux. Cependant, pour un échantillon de petite taille (120×44×44 mm), leur processus en deux étapes a nécessité un temps considérable (plus de 31 heures).

## 1.5 Conclusion

Ce chapitre a fourni une présentation complète des éléments essentiels permettant de comprendre le comportement du bois lors de la densification thermo-hydrromécanique. Les propriétés du matériau bois ont été exposées ainsi que les caractéristiques spécifiques du peuplier, qui constitue l'essence étudiée dans ce travail. L'étude des mécanismes de la densification thermo-hydrromécanique a par ailleurs permis de comprendre les phénomènes sous-jacents qui se produisent lors de ce processus. L'analyse détaillée de certains procédés de densification mentionnés dans la littérature et de leurs résultats a également permis de tirer des conclusions sur l'impact des différents paramètres de densification, tels que l'humidité, la température ou le taux de compression, sur les propriétés du bois densifié. La compréhension approfondie de ces phénomènes s'avère essentielle pour analyser et interpréter les résultats obtenus dans le cadre de cette étude.

# Chapitre 2

## Matériel et méthodes expérimentales

Ce chapitre présente le matériel utilisé dans le cadre de ce travail, les méthodes expérimentales et les essais réalisés au laboratoire afin de déterminer les propriétés et les caractéristiques physiques du bois brut et densifié.

### 2.1 Bois brut

Le bois utilisé dans le cadre de ce travail est le peuplier tremble (*Populus tremula*). Il est originaire de Belgique et a subi le procédé de première transformation du bois (écorçage, sciage, séchage et triage) dans la scierie Bourguignon Bois située à Tourinnes-Saint-Lambert dans le Brabant Wallon.

Les billons bruts ont été débités en plots, c'est-à-dire sciés selon le même plan longitudinal, en planches de 54 mm d'épaisseur. Les planches sélectionnées pour ce travail ont été débitées sur quartier (notion définie à la section 1.1.2) avant d'être rabotées en éléments d'environ 2500×50×50 mm. Ce débit sur quartier permet au bois de présenter des cernes approximativement perpendiculaires à la surface des planches, ce qui n'est pas le cas avec le débit sur dosse. Durant la densification, la compression du bois parallèlement aux cernes ne crée donc pas de plans de cisaillement et le bois se déforme en cisaillement pur. Il s'agit cependant d'un modèle théorique qui n'est pas parfaitement applicable dans la réalité.

Les échantillons bruts utilisés dans ce travail sont illustrés à la Figure 2.1. Les échantillons destinés à l'étude des caractéristiques physiques du bois densifié ont des dimensions de 250×20×20 mm, tandis que ceux destinés à l'étude du comportement du bois lors de la densification avec mise en forme mesurent 110×50×20 mm. Ces échantillons ont été soigneusement sélectionnés pour ne présenter aucun défaut ou imperfection pouvant altérer leur comportement mécanique.

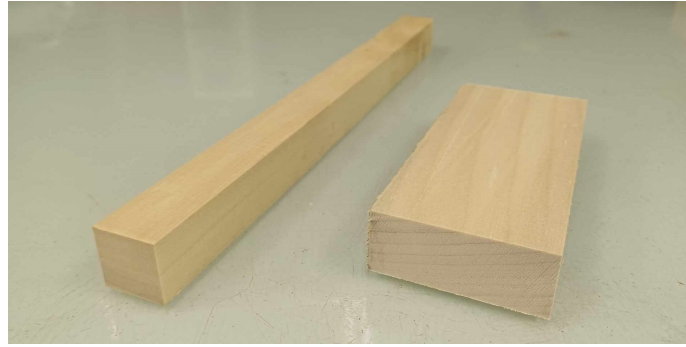


FIGURE 2.1 – Échantillons bruts

En raison de l'anisotropie et de la proportion variable de bois initial et final, le bois brut présente une masse volumique comprise entre 460 et 550 kg/m<sup>3</sup>, soit une valeur légèrement supérieure à celle trouvée dans la littérature (entre 430 et 530 kg/m<sup>3</sup>). Par la fiabilité de la mesure et le matériel disponible au laboratoire, la mesure par dessiccation a été utilisée afin de déterminer le taux d'humidité des échantillons. Cette méthode est décrite en détail à la section 1.1.5. Les échantillons bruts stockés en laboratoire présentent une teneur en eau initiale comprise entre 8 et 10 %.

## 2.2 Procédé de densification

La densification thermo-hydomécanique effectuée dans le cadre de ce travail se déroule en plusieurs phases, présentées à la Figure 2.2.

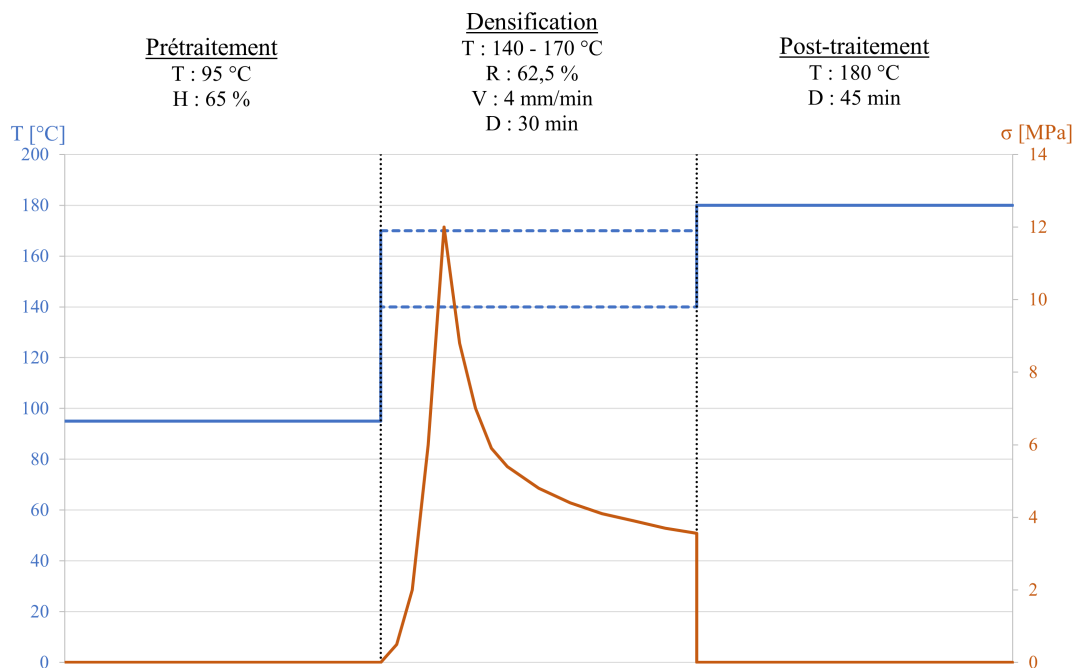


FIGURE 2.2 – Paramètres de densification et évolution de la température et de la contrainte durant la densification thermo-hydomécanique

Le bois est tout d'abord prétraité en enceinte climatique jusqu'à stabilisation de sa masse. Il est ensuite densifié en deux étapes : la première consiste en la compression radiale du bois et la seconde en le maintien en position des plateaux de la presse. Après la densification, le bois est post-traité avant d'être finalement refroidi naturellement jusqu'à température ambiante.

### 2.2.1 Prétraitement

La première étape du processus de densification est le prétraitement. Il a pour but de préparer et ramollir le bois afin de lui permettre de se déformer de manière importante sans se fracturer. Ce ramollissement est obtenu lorsque le bois dépasse la température de transition vitreuse de ses polymères, qui passent d'un état vitreux à un état caoutchouteux. Une explication plus approfondie de ce phénomène a été fournie à la section 1.3.1.

L'objectif du prétraitement est donc d'atteindre la température de transition vitreuse des différents polymères du bois. Comme la température de transition vitreuse diminue avec la teneur en eau, le prétraitement s'est réalisé en présence de vapeur d'eau. Cela permet d'obtenir une température de transition vitreuse plus faible et dès lors éviter la dégradation des composants du bois par un prétraitement à des températures élevées, ce qui causerait une diminution des propriétés mécaniques. La présence de vapeur assure également une plus grande stabilité dimensionnelle au bois densifié [12].

Le prétraitement a été réalisé dans une enceinte climatique à 95 °C et 98 % d'humidité. Étant donné la faible conductibilité thermique du bois, de longues durées de prétraitement ont été nécessaires afin que la température interne soit uniforme dans tout l'échantillon. Les échantillons ont dès lors été placés dans l'enceinte climatique 24 heures avant la densification. Après prétraitement, ceux-ci présentaient une teneur en eau de  $24 \pm 1\%$ .

### 2.2.2 Densification

Après le prétraitement s'opère la densification à proprement parler. La plupart des propriétés mécaniques du bois sont positivement corrélées à sa densité. Par conséquent, l'objectif de la densification est d'augmenter la densité du bois en réduisant le volume cellulaire et de ce fait améliorer ses performances mécaniques et sa gamme d'applications.

La densification a été réalisée avec la machine *Zwick Roell Z2500* (Figure 2.3). Celle-ci est constituée d'une presse composée de deux plateaux circulaires, placée dans une étuve permettant de contrôler la température de l'air et des plateaux de compression.

Dans la littérature, on peut trouver des machines permettant d'injecter de la vapeur d'eau directement pendant la compression à l'aide de trous d'injection répartis sur la surface des plateaux. Ce matériel n'était toutefois pas disponible au laboratoire. Par ailleurs, l'étuve de la *Zwick Roell Z2500* ne possède pas de système de régulation de l'humidité et l'introduction d'humidité en son sein a été déconseillée par l'équipe technique. La densification s'est donc réalisée en l'absence de contrôle d'humidité.



FIGURE 2.3 – *ZwickRoell Z2500*

Un test à blanc a été effectué au début de chaque série de densification. Celui-ci permettait à la machine de se trouver dans des conditions stables pour les autres essais de densification et assurer leur reproductibilité. Ces tests à blanc conduisaient en effet à des échantillons densifiés présentant une reprise en épaisseur importante au moment de l'ouverture de la presse.

La densification s'est déroulée en deux phases. La première consiste en la compression du bois dans sa direction radiale, avec un contrôle en déplacement des plateaux, afin de diminuer le volume des cellules. La seconde comprend le maintien en position des plateaux de la presse, permettant au bois de relaxer en partie les contraintes internes accumulées durant la compression et par conséquent de réduire le retour viscoélastique.

Ce travail fait suite aux recherches menées par Diego de Crombrughe qui a étudié les effets des différents paramètres de densification sur les propriétés mécaniques du bois [7]. Sur base de ses résultats, les paramètres optimaux ont été sélectionnés. La compression radiale du bois a été effectuée avec une vitesse de déplacement du plateau inférieur  $V = 4 \text{ mm/min}$  jusqu'à atteindre une épaisseur telle que le ratio de compression soit  $RC = 62,5\%$ . Si la vitesse et le ratio de compression laissent peu de doute sur la valeur optimale à considérer, celle-ci était moins évidente dans le cas de la température

de densification. Par conséquent, deux températures différentes ont été expérimentées, l'une de  $T = 140\text{ °C}$  et l'autre de  $T = 170\text{ °C}$ . Après la compression, les plateaux ont été maintenus en position pendant 30 minutes.

### 2.2.3 Post-traitement

Après la densification, la forme comprimée du bois n'est pas stable. Le bois accumule des contraintes internes durant la densification, responsables du retour viscoélastique. Le post-traitement permet de réduire ces contraintes internes afin d'augmenter la stabilité dimensionnelle du bois, principalement par la dégradation des hémicelluloses permettant le réarrangement des microfibrilles dans la matrice de lignine. La dégradation des hémicelluloses réduit également l'hygroscopicité du bois, ce qui lui permet d'être plus stable dans des conditions d'humidité importante.

Le post-traitement a été réalisé dans une étuve à  $180\text{ °C}$  pendant 45 minutes. Une température supérieure causerait une fissuration de la lignine et une perte des propriétés mécaniques du bois [28].

## 2.3 Microscopie 3D

L'observation de la microstructure du bois densifié a été effectuée via le microscope 3D *Keyence VHX-7000* (Figure 2.4). Il s'agit d'un microscope numérique, soit un microscope auquel est fixée une caméra à la place d'un oculaire et qui affiche l'image acquise numériquement sur un écran.



FIGURE 2.4 – Microscope 3D *Keyence VHX-7000*

Un microscope 3D utilise un éclairage structuré par lequel plusieurs images sont créées dans chaque zone et traitées par la suite. Ainsi, la résolution est doublée dans les trois directions spatiales et une image spatiale globale de l'échantillon peut être visualisée sur l'écran du microscope [33]. Outre l'observation, il présente également d'autres fonctions telles que la mesure de dimensions ou l'enregistrement de photos [17].

La microscopie 3D a été utilisée afin d'étudier les sections transversales d'échantillons densifiés et d'observer les changements structuraux survenus lors de la densification. Ces changements s'opèrent au niveau de la microstructure du bois et consistent principalement en la déformation de la paroi cellulaire et en la réduction du volume des lumens du bois.

Elle a également été employée, via la fonction "Depth composition & 3D" du microscope, pour mesurer le diamètre des indents lors des essais de dureté Brinell. Ces essais sont détaillés à la section 2.5.2.

## 2.4 Essais de flexion

Le comportement à la flexion a été étudié au moyen de la *ZwickRoell RetroLine 50*, illustrée à la Figure 2.5, via des essais de flexion à 4 points. Ces essais permettent de déterminer la résistance à la flexion et le module d'élasticité des échantillons.

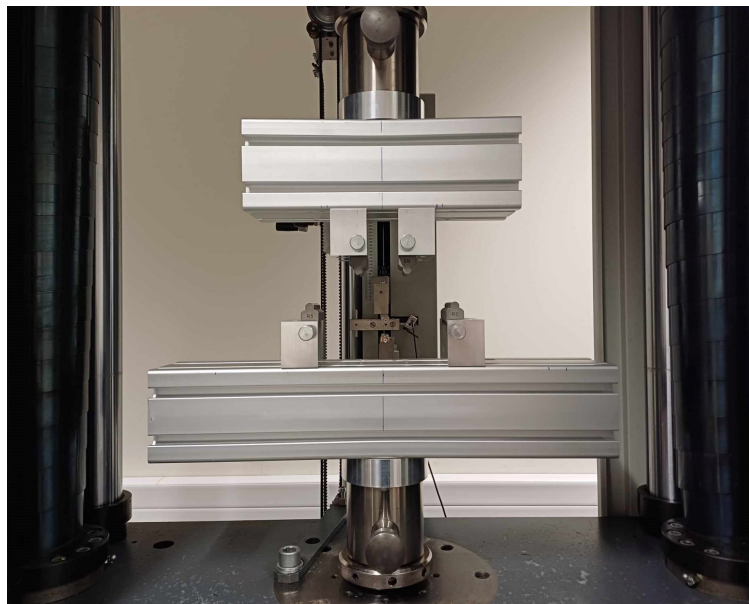


FIGURE 2.5 – *ZwickRoell RetroLine 50*

Le dispositif de flexion à 4 points se compose de deux appuis parallèles et de deux points d'application de la force. Celle-ci est appliquée par l'intermédiaire de deux pannes de flexion positionnées de manière symétrique par rapport aux appuis. Le couple de flexion entre les deux points d'application de la force est constant [43].

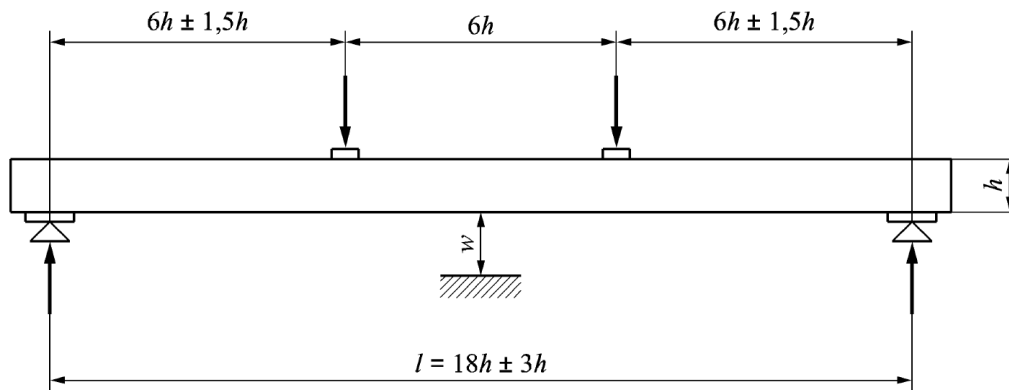


FIGURE 2.6 – Dispositif d’essai de flexion à 4 points

Par rapport à la flexion à 3 points, qui ne présente qu’un seul point d’application de la charge, il présente l’avantage de ne pas positionner les points de chargement au niveau de la zone de rupture. Cela pourrait en effet endommager l’éprouvette, entraîner une rupture précoce et par conséquent fausser les résultats.

L’essai de flexion à 4 points ne permet généralement pas d’atteindre la rupture des matériaux ductiles. Il est donc surtout adapté aux matériaux fragiles comme le bois.

La particularité de cet outillage est sa capacité à limiter les contraintes dues aux défauts géométriques de l’échantillon ou de l’outillage grâce à un système rotulé sans jeu. De plus, il permet un réglage facile et répétable du positionnement de l’échantillon pour diminuer la dispersion des résultats [20].

Durant l’essai, la charge est appliquée jusqu’à ce que l’échantillon se fracture et on mesure la force appliquée et la déformation de l’échantillon au centre de celui-ci. Ces données permettent de tracer une courbe de flexion qui indique la relation entre la force appliquée et la déformation de la pièce. Les propriétés mécaniques telles que la résistance à la flexion et le module d’élasticité peuvent être déterminées à partir de la courbe de flexion obtenue.

Pour un essai de flexion à 4 points, la résistance à la flexion d’un élément rectangulaire est donnée, selon la norme NBN EN 408+A1, par :

$$\sigma_f = \frac{3F_{max} a}{bh^2} \quad [MPa] \quad (2.1)$$

Avec :  $F_{max}$  = Force appliquée à la rupture [N]

$a$  = Distance entre un point de chargement et l’appui le plus proche [mm]

$b$  = Largeur de l’échantillon [mm]

$h$  = Hauteur de l’échantillon [mm]

Pour le même essai, le module d'élasticité est donné, selon la même norme, par :

$$E = \frac{(3aL^2 - 4a^3)(F_2 - F_1)}{4bh^3(w_2 - w_1)} \quad [GPa] \quad (2.2)$$

Avec :  $(F_2 - F_1)$  = Accroissement de force dans la partie élastique du graphique force-déplacement [ $N$ ]

$(w_2 - w_1)$  = Accroissement de flèche correspondant à  $(F_2 - F_1)$  [ $mm$ ]

$L$  = Distance entre les appuis [ $mm$ ]

Le montage des essais de flexion a été réalisé de telle manière que la distance  $a$  entre un point de chargement et l'appui le plus proche soit égale à  $6h$ , soit le tiers de la distance entre appuis qui vaut donc  $18h$ . Cela permet de simplifier les calculs tout en respectant la norme. Étant donné l'épaisseur variable de chacun des échantillons densifiés, le montage a été adapté à chaque échantillon afin de respecter les distances énoncées ci-dessus.

## 2.5 Essais de microdureté

Préalablement aux essais de microdureté, la surface d'intérêt des échantillons a été polie afin de faciliter l'observation des indents. Le polissage a été réalisé à l'aide de la polisseuse *Metkon Forcipol 102* en utilisant successivement deux draps de polissage de taille de grain décroissante ( $30 \mu m$  puis  $15 \mu m$ ).

### 2.5.1 Dureté parallèle aux fibres

La dureté parallèle aux fibres, correspondant à la dureté de la section des échantillons, a été mesurée avec la machine *Emco-Test DuraScan G5* (Figure 2.7) via la méthode Vickers.

L'essai de dureté Vickers consiste à appliquer une charge en douceur, sans impact, en poussant un pénétrateur en diamant dans l'échantillon. La Figure 2.7 donne également une présentation schématique du pénétrateur Vickers et de la forme d'une empreinte. Le diamant Vickers laisse une empreinte de forme pyramidale avec une base carrée, un angle au sommet entre faces égal à  $136^\circ$  et une profondeur d'environ  $1/7^e$  de la longueur de la diagonale. Le pénétrateur est maintenu en place pendant 10 à 15 secondes avant d'être relâché complètement [5]. On mesure les deux diagonales de l'empreinte, en arrondissant en général au  $0,1 \mu m$  le plus proche, et on effectue la moyenne des deux valeurs.

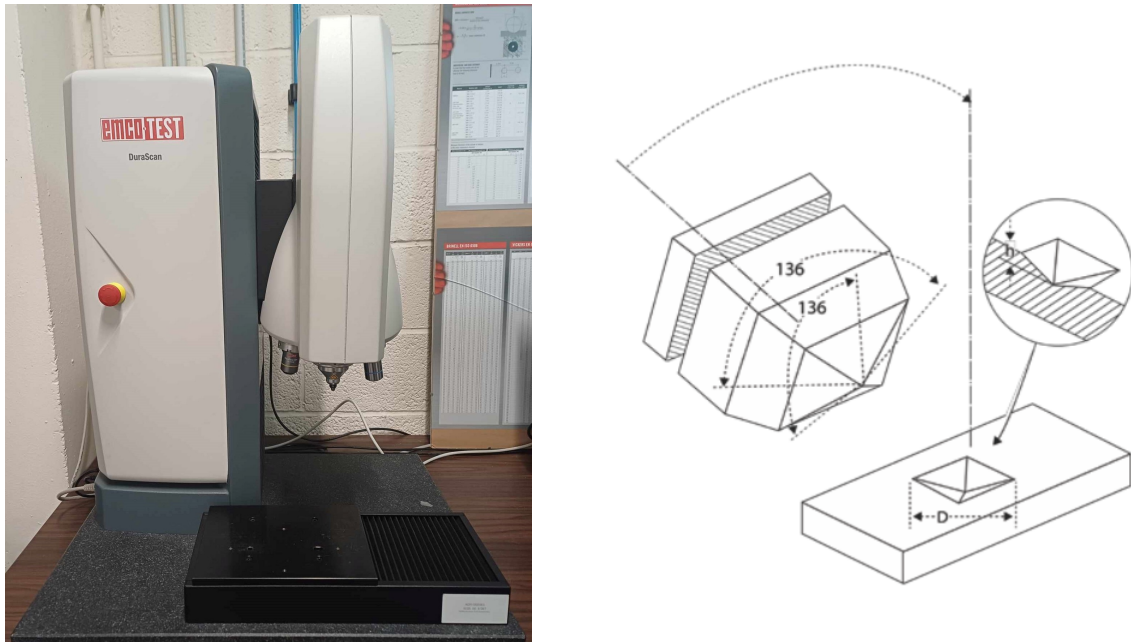


FIGURE 2.7 – Machine d’essai de microdureté *Emco-Test DuraScan G5* (gauche) et présentation schématique du pénétrateur Vickers et d’une empreinte (droite) [5]

La dureté Vickers (HV) est calculée selon la formule [40] :

$$HV = \frac{2 \cdot F \cdot \sin\left(\frac{136^\circ}{2}\right)}{g \cdot d^2} \cong 0,1891 \cdot \frac{F}{d^2} \quad (2.3)$$

Avec :  $F$  = Force appliquée [N]

$d = \frac{d_1 + d_2}{2}$  = Moyenne des deux diagonales de l’empreinte [mm]

$g$  = Accélération de la pesanteur [ $N/mm^2$ ]

Bien que polyvalente, la méthode Vickers est généralement employée pour des matériaux durs tels que les métaux ou les céramiques. Elle est rarement utilisée pour le bois, pour lequel on réalise en général des essais de dureté Monnin ou Brinell. Toutefois, la machine *Emco-Test DuraScan G5*, qui possède un pénétrateur Vickers, présente l’avantage de permettre d’établir un réseau d’indents, comme l’illustre la Figure 2.8. Ce réseau d’indents est idéal pour déterminer le profil de dureté sur la section des échantillons de manière précise. Étant donné que le bois densifié présente une dureté parallèle aux fibres suffisante pour garantir la précision des mesures d’indents effectuées avec le pénétrateur Vickers, le choix s’est porté vers cette méthode.

Les normes précisent l’interdistance minimale à respecter entre deux points de mesure. Lors d’un essai de dureté Vickers, la distance entre les empreintes doit être supérieure, selon le matériau, à trois ou six fois le diamètre de l’indentation. La distance au bord de l’échantillon doit quant à elle être supérieure à deux fois et demi le diamètre de l’indentation. Ces distances permettent d’éviter l’interaction entre deux points de mesure [9].

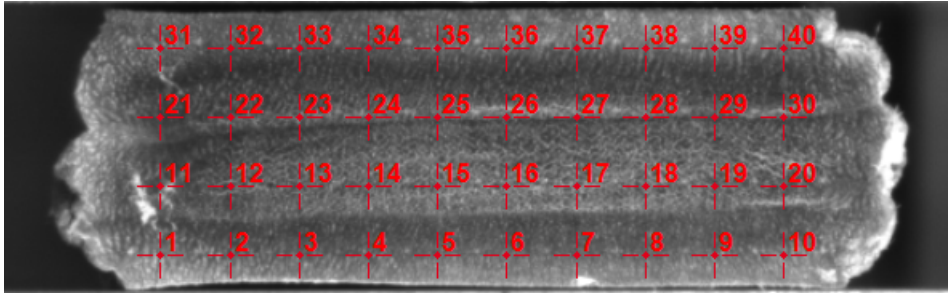


FIGURE 2.8 – Réseau d’indents réalisé avec le pénétrateur Vickers

Dans le cadre de ce travail, l’espacement entre les points de mesure a été défini à 2 mm, l’espacement au bord de l’échantillon à environ 1 mm et la charge appliquée était de 1 kgf. L’observation et la mesure des diagonales ont directement été effectuées avec la machine *Emco-Test DuraScan G5*.

### 2.5.2 Dureté perpendiculaire aux fibres

La dureté perpendiculaire aux fibres, correspondant à la dureté de la surface des échantillons, a été mesurée avec la machine *Dia Testor 2 RC* (Figure 2.9) via la méthode Brinell.

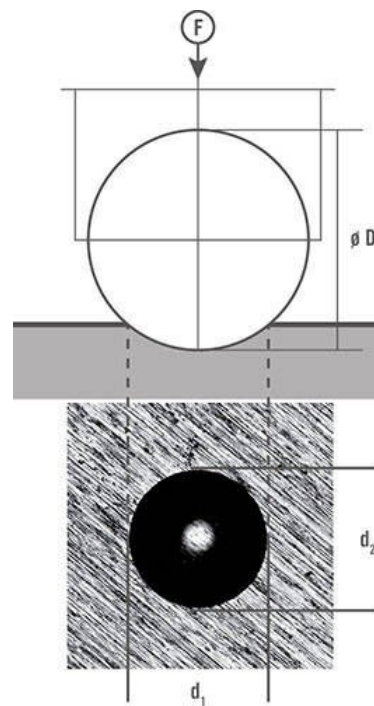


FIGURE 2.9 – Machine d’essai de dureté *Dia Testor 2 RC* (gauche) et présentation schématique du pénétrateur Brinell et de la forme d’une empreinte (droite) [5]

L'essai de dureté Brinell repose sur le même principe que la dureté Vickers. La différence entre ces deux méthodes réside dans la forme du pénétrateur, qui est sphérique dans le cas de la dureté Brinell. L'essai de dureté Brinell consiste donc à enfoncer une bille dans l'échantillon et à mesurer le diamètre de l'empreinte [42].

La dureté Brinell est déterminée à partir du diamètre de la bille, de la charge appliquée et du diamètre de l'empreinte. Elle se calcule selon la formule [42] :

$$HB = \frac{2 \cdot F}{g \cdot \pi \cdot D \cdot (D - \sqrt{D^2 - d^2})} \quad (2.4)$$

Avec :  $F$  = Force appliquée [N]

$d = \frac{d_1 + d_2}{2}$  = Moyenne du diamètre de l'empreinte [mm]

$D$  = Diamètre du pénétrateur [mm]

$g$  = Accélération de la pesanteur [ $N/mm^2$ ]

Contrairement à la machine *Emco-Test DuraScan G5* utilisée pour mesurer la dureté parallèle aux fibres, la machine *Dia Testor 2 RC* ne permet pas de réaliser un réseau d'indents. Cette dernière a toutefois été utilisée car la méthode Vickers ne permet qu'une mesure approximative de la dureté perpendiculaire aux fibres, l'empreinte laissée par le pénétrateur Vickers n'étant pas suffisamment précise. Son utilisation n'étant pas adaptée, la méthode Brinell a été utilisée. L'absence de réseau d'indents ne pose cependant pas de problème car l'établissement d'un profil de dureté n'est pas utile sur la surface des échantillons.

Comme pour la méthode Vickers, les normes précisent l'interdistance minimale à respecter entre deux points de mesure. Lors d'un essai de dureté Brinell, la distance entre les empreintes doit être supérieure à trois fois le diamètre de l'indentation et la distance au bord supérieure à deux fois et demi le diamètre de l'indentation [9].

Dans le cadre de ce travail, l'espacement entre les points de mesure était d'environ 5 mm, l'espacement au bord de l'échantillon d'environ 2 mm et la charge appliquée était de 2 kgf. L'observation et la mesure du diamètre de l'empreinte ont été effectuées à l'aide du microscope 3D.

## 2.6 Retour viscoélastique et taux de recouvrement

Le retour viscoélastique (spring-back, SB) comprend le retour élastique immédiat survenant à l'ouverture des plateaux de la presse, ainsi que la reprise en épaisseur obtenue lorsque les échantillons ont été conditionnés dans des conditions de température et d'humidité ambiantes.

Le taux de recouvrement, également effet de mémoire de forme (compression set recovery, CSR), correspond quant à lui au recouvrement de l'épaisseur induite par le trempage des échantillons dans de l'eau pendant une durée déterminée.

Le retour viscoélastique (SB) et le taux de recouvrement (CSR) sont calculés par [34] :

$$SB = \frac{E_3 - E_2}{E_2} \times 100 \quad [\%] \quad (2.5)$$

$$CSR = \frac{E_4 - E_3}{E_1 - E_3} \times 100 \quad [\%] \quad (2.6)$$

Avec :  $E_1$  = Épaisseur initiale des échantillons avant densification [mm]

$E_2$  = Épaisseur des échantillons sous pression [mm]

$E_3$  = Épaisseur des échantillons conditionnés à température et humidité ambiantes [mm]

$E_4$  = Épaisseur des échantillons après trempage dans l'eau [mm]

Le taux de recouvrement a été mesuré via plusieurs cycles de trempage-séchage. Les échantillons ont tout d'abord subi deux cycles de trempage de 24 heures dans de l'eau à température ambiante, chaque cycle étant suivi par un séchage de 2 heures dans une étuve à 103 °C puis de la mesure de leur épaisseur. Après ces deux cycles, les échantillons ont finalement subi un troisième et dernier trempage durant 48 heures, à nouveau suivi par un séchage de 2 heures en étuve à 103 °C puis par la mesure finale de leur épaisseur.

## 2.7 Mise en forme du bois par moulage

Outre l'étude des caractéristiques physiques et mécaniques du bois densifié, l'objectif de ce travail était également l'étude du comportement du bois à la densification avec mise en forme.

Pour ce faire, un moule en aluminium A17075 a été usiné. Le moule est illustré à la Figure 2.10. Il présente des indents de 5 mm de large et de 4 mm de haut, espacés de 10 mm. Les profils théorique et réel du moule, observés au microscope 3D, sont illustrés à la Figure 2.11. La différence entre ces deux profils est due aux imperfections inhérentes à l'usinage du moule.

Pendant la densification, le moule a été placé dans la presse de manière à ce qu'une face des échantillons adopte la géométrie du moule lors de la compression.

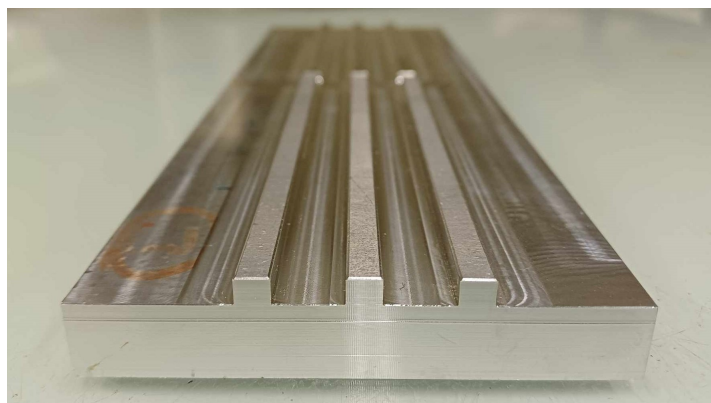


FIGURE 2.10 – Moule en aluminium

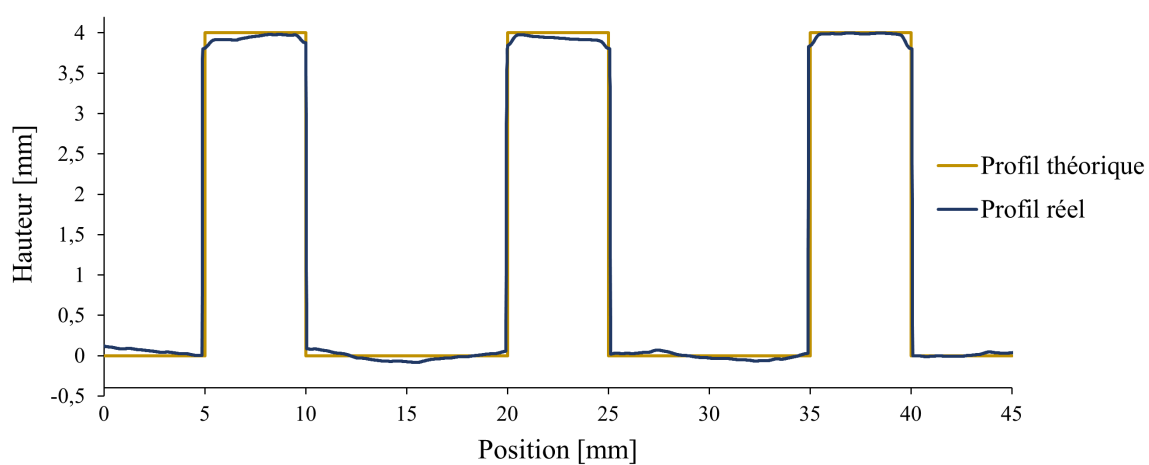


FIGURE 2.11 – Profils théorique et réel des moules

## 2.8 Conclusion

Ce chapitre a présenté une description précise du matériel utilisé dans ce travail et des diverses méthodes expérimentales employées pour réaliser la densification thermo-hydrromécanique du bois. Les paramètres utilisés lors des différents essais ont également été détaillés afin de permettre une reproduction fidèle de ces tests à l'avenir. Cette approche ouvre la voie à de futures recherches plus approfondies, tout en garantissant la rigueur et la comparabilité des résultats.

# Chapitre 3

## Résultats et discussion

Après avoir étudié l'état de l'art et détaillé les méthodes expérimentales, ce chapitre présente les résultats obtenus suite à la densification thermo-hydomécanique du bois réalisée dans le cadre de ce travail et dont le procédé est résumé à la Figure 2.2. Les données recueillies sont présentées et interprétées afin d'évaluer les modifications des caractéristiques du bois après la densification ainsi que les phénomènes sous-jacents à ces changements. L'objectif est d'approfondir les connaissances en matière de densification du bois, tant du point de vue expérimental que théorique. Quelques parallèles avec d'autres études sont établis afin de confronter les résultats obtenus dans ce travail à ceux d'autres recherches dans ce domaine.

Ce chapitre analyse également les résultats de la densification avec mise en forme du bois, qui constitue une voie encore peu explorée à ce jour. Dans le contexte de cette analyse, la densification à faible teneur en eau a également été étudiée.

### 3.1 Observation au microscope 3D

Les observations microscopiques d'échantillons à l'état brut et densifiés à 140 °C et à 170 °C sont présentées aux Figures 3.1, 3.2 et 3.3, respectivement. D'après ces observations, plusieurs différences sont à relever.

Tout d'abord, les échantillons densifiés affichent une couleur plus sombre que les échantillons bruts. Cette couleur est principalement due à l'augmentation de la densité résultant de la réduction du volume des lumens et des espaces intercellulaires. Étant donné que ces espaces se présentent naturellement dans une couleur claire, leur réduction entraîne une teinte plus sombre chez les échantillons densifiés. Cela explique pourquoi les régions moins densifiées, qui présentent des lumens et des espaces intercellulaires plus volumineux, conservent une teinte claire semblable à celle des échantillons bruts. Ces régions moins densifiées sont notamment observables dans les coins supérieur droit et inférieur gauche de la Figure 3.3.



FIGURE 3.1 – Observation microscopique de la section d'un échantillon brut



FIGURE 3.2 – Observation microscopique de la section d'un échantillon densifié à 140 °C



FIGURE 3.3 – Observation microscopique de la section d'un échantillon densifié à 170 °C

La teinte plus foncée des échantillons densifiés s'explique également par la dégradation des polymères du bois survenue lors de la densification et du post-traitement. En outre, le centre des échantillons densifiés à 170 °C affiche une teinte proche du noir, témoignant d'une dégradation plus avancée des polymères due à la température élevée utilisée durant la densification.

Enfin, on observe une différence dans la forme et la structure de la section des échantillons densifiés. Les échantillons densifiés à 140 °C présentent une surface légèrement bombée et leurs cernes demeurent parallèles à la surface. En revanche, les échantillons densifiés à 170 °C affichent une surface relativement plate (à l'exception des coins moins densifiés) et présentent des cernes légèrement inclinés, ce qui indique qu'un phénomène de cisaillement s'est produit lors de la densification. Ce phénomène de cisaillement explique certainement la présence de nombreuses microfissures dans la structure de ces échantillons.

## 3.2 Caractéristiques physiques et mécaniques du bois densifié

Les caractéristiques mécaniques du bois sont intimement liées à sa densité. Par conséquent, la densification du bois a pour effet d'améliorer ses caractéristiques mécaniques, notamment la résistance à la flexion, le module d'élasticité et la dureté. La densification du bois permet de cette manière d'élargir le domaine d'application et le spectre d'utilisation du bois et de concurrencer d'autres matériaux de construction moins durables.

Les résultats analysés dans cette section concernent le bois densifié dans les conditions définies au Chapitre 2 et résumées à la Figure 2.2.

### 3.2.1 Masse volumique

La masse volumique du bois brut et densifié est donnée à la Table 3.1.

	Bois brut	Bois densifié à 140 °C	Bois densifié à 170 °C
Masse volumique [kg/m <sup>3</sup> ]	430 - 530	794 - 950	875 - 1035

TABLE 3.1 – Masse volumique du bois brut et densifié

La densification a mené à une augmentation substantielle de la masse volumique du bois. L'augmentation est légèrement plus marquée dans le cas de la densification à 170 °C, après laquelle le bois a environ doublé sa densité.

### 3.2.2 Résistance à la flexion et module d'élasticité

La résistance à la flexion  $\sigma_f$  et le module d'élasticité  $E_f$  minimaux, maximaux et moyens du bois brut et densifié sont donnés à la Table 3.2.

	Bois brut	Bois densifié à 140 °C	Bois densifié à 170 °C
$\sigma_f$ [MPa]	57,6 - 70,4	128,5 - 207,9	98,7 - 169
$\bar{\sigma}_f$ [MPa]	64	170,9 + <b>167 %</b>	130,5 + <b>104 %</b>
$E_f$ [GPa]	9 - 11	15,8 - 20,5	13,1 - 17,6
$\bar{E}_f$ [GPa]	10	18,4 + <b>84 %</b>	15,4 + <b>54 %</b>

TABLE 3.2 – Résistance à la flexion et module d'élasticité du bois brut et densifié

Une augmentation significative de la résistance à la flexion et du module d'élasticité est observée lorsque le bois est densifié. L'augmentation de la densité du bois a donc conduit, conformément aux attentes, à une amélioration des caractéristiques mécaniques. L'augmentation est par ailleurs plus importante pour le bois densifié à 140 °C que pour celui densifié à 170 °C, tant en ce qui concerne la résistance à la flexion que le module d'élasticité. Cette différence peut être attribuée à la dégradation accrue des polymères, notamment des hémicelluloses, à mesure que la température de densification augmente, ce qui a pour conséquence une diminution de la résistance. De plus, la densification à 170 °C a causé l'apparition de microfissures dans la structure du bois, ce qui entraîne également une réduction de la résistance. L'observation au microscope 3D de sections d'échantillons densifiés à ces deux températures, présentée à la section précédente, permet de constater les phénomènes de dégradation et de microfissuration.

À titre de comparaison, dans une étude de 2017, Bao et al. ont densifié du peuplier à 160 °C avec divers ratios de compression. Avec un ratio de compression de 60 %, ils ont obtenu une augmentation de la résistance à la flexion de 64 % et du module d'élasticité de 75 % [3]. En 2019, Qilan Fu a densifié de l'érable à sucre avec un ratio de compression de 50 % à des températures allant de 180 °C à 210 °C. À 180 °C, elle a obtenu une augmentation de la résistance à la flexion de 44 % et du module d'élasticité de 87 % [12]. On constate que les résultats présentés à la Table 3.2 sont du même ordre de grandeur que ceux de ces deux études concernant le module d'élasticité. En revanche, les valeurs de résistance à la flexion obtenues sont considérablement supérieures à celles rapportées dans ces études.

Les diagrammes exprimant la résistance à la flexion et le module d'élasticité en fonction de la masse volumique sont illustrés aux Figures 3.4 et 3.5. Ces diagrammes représentent

les plages de valeurs pour de nombreuses essences (vert), ainsi que pour le peuplier brut (bleu) et densifié (jaune et orange). Pour la majorité des essences, les caractéristiques mécaniques sont approximativement proportionnelles à la densité du bois. La résistance à la flexion et le module d'élasticité du bois densifié respectent les valeurs attendues pour un bois d'une telle densité. Il se positionne toutefois dans la moyenne haute pour la densification à 140 °C et dans la moyenne basse pour la densification à 170 °C.

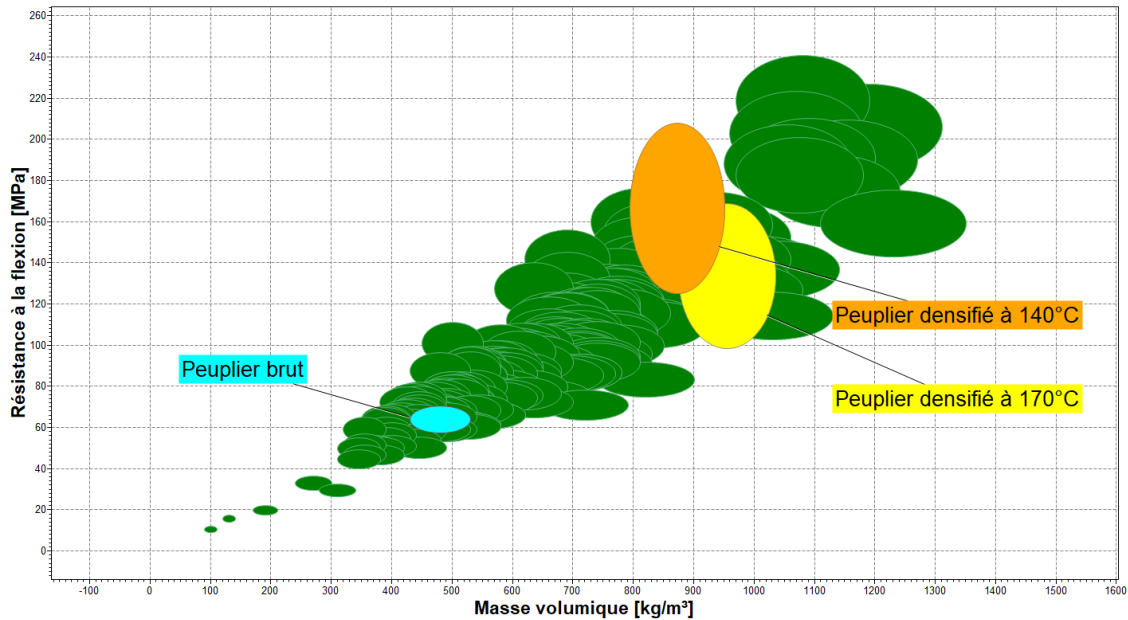


FIGURE 3.4 – Diagramme de la résistance à la flexion en fonction de la masse volumique de diverses essences (vert) et du peuplier brut (bleu) et densifié (jaune et orange) [Granta EduPack]

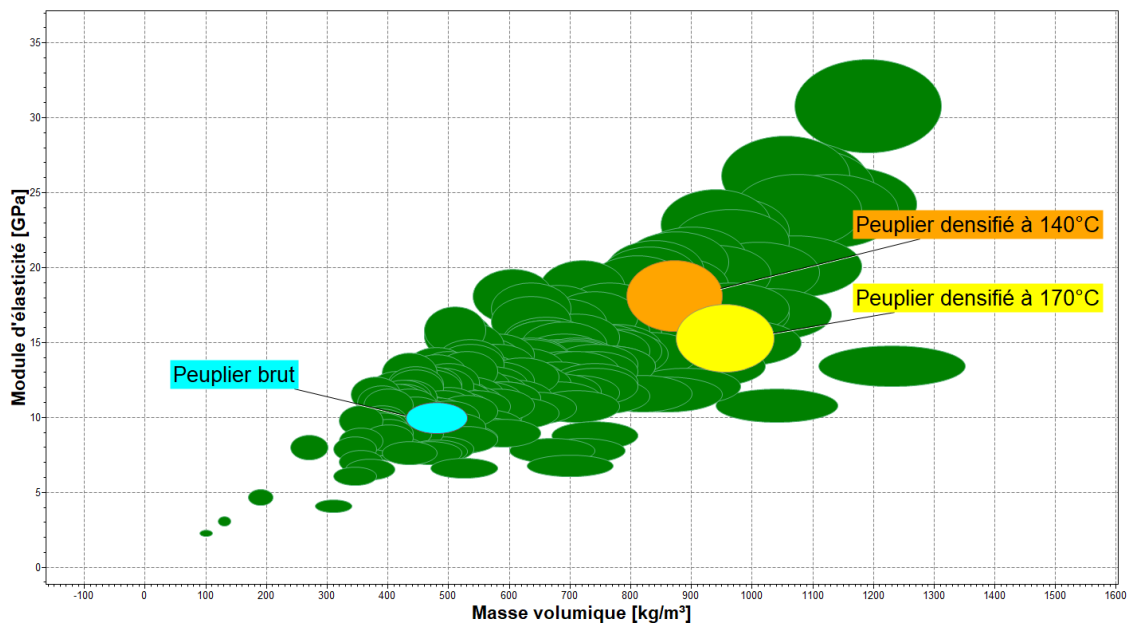


FIGURE 3.5 – Diagramme du module d'élasticité en fonction de la masse volumique de diverses essences (vert) et du peuplier brut (bleu) et densifié (jaune et orange) [Granta EduPack]

En observant ces deux diagrammes, on constate également que, bien que les valeurs de résistance à la flexion et de module d'élasticité ont augmenté de manière importante avec la densification, la variabilité de ces propriétés reste significative. En effet, en densifiant divers échantillons dans les mêmes conditions, les essais de flexion manifestent une grande variation des résultats d'un échantillon à l'autre. La densification n'a donc pas permis de réduire la dispersion et la variabilité des caractéristiques mécaniques du bois. Au contraire, en ce qui concerne la résistance à la flexion, celles-ci ont même largement augmenté.

La température de densification a également un impact sur le comportement à la rupture du bois lors d'essais de flexion. Les courbes contrainte-déflexion issues d'essais de flexion sur des échantillons densifiés à 140 °C et 170 °C sont respectivement illustrées aux Figures 3.6 et 3.7.

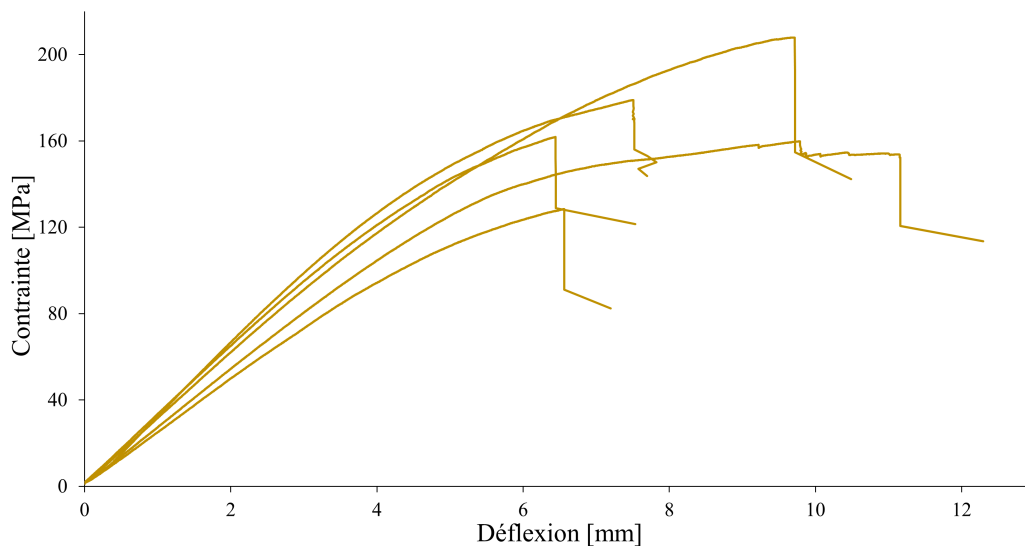


FIGURE 3.6 – Courbes contrainte-déflexion d'échantillons densifiés à 140 °C

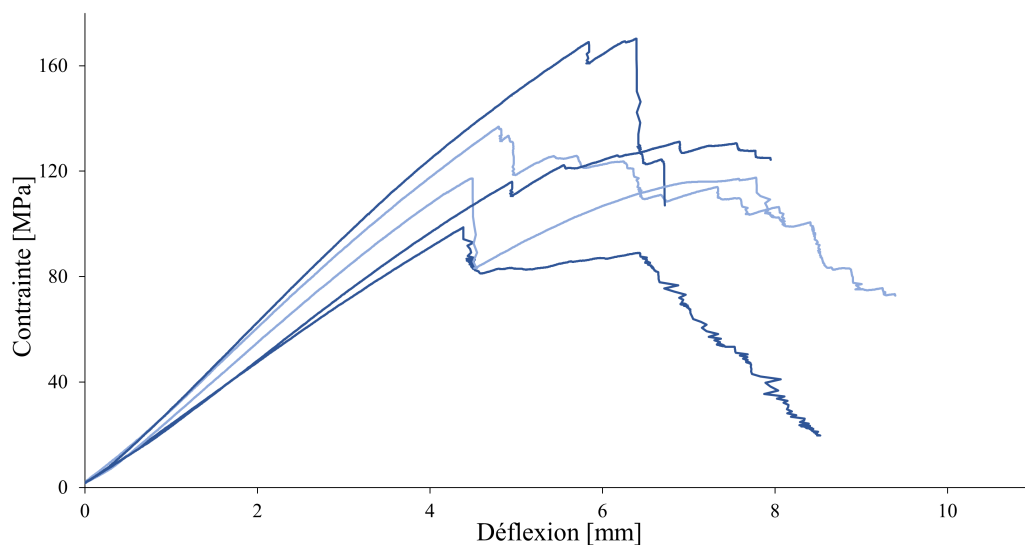


FIGURE 3.7 – Courbes contrainte-déflexion d'échantillons densifiés à 170 °C

Les échantillons densifiés à 140 °C présentent généralement une rupture nette et brutale, tandis que ceux densifiés à 170 °C montrent une rupture plus précoce mais progressive. Pour ces derniers, on observe en effet une ou plusieurs "pré-ruptures" se produisant avant la rupture finale du matériau. Dans certains cas, la contrainte à la rupture finale est supérieure à la contrainte ayant causé la première pré-rupture. Cette différence de comportement à la flexion s'explique certainement par la présence fréquente de microfissures dans les échantillons densifiés à 170 °C. Ces microfissures, observables sur la Figure 3.3, ont pour conséquence de fragiliser le matériau et causer des pré-ruptures avant la rupture finale.

En résumé, la densification a mené à une augmentation considérable de la résistance à la flexion et du module d'élasticité du bois. Cette augmentation est par ailleurs plus prononcée dans le cas de la densification à 140 °C qu'à 170 °C. En revanche, la densification n'a pas permis de réduire la variabilité des caractéristiques mécaniques du bois. Au contraire, une grande variabilité de la résistance à la flexion a été observée chez les échantillons densifiés, en comparaison à d'autres essences de même densité. On remarque également une différence quant au comportement à la flexion du bois densifié aux deux températures. Les échantillons densifiés à 140 °C présentent une rupture nette et brutale, tandis que ceux densifiés à 170 °C affichent une rupture plus précoce mais progressive.

### 3.2.3 Dureté

La Figure 3.8 illustre les observations microscopiques d'indents réalisés lors d'essais de dureté. Le premier est un indent provenant d'un essai de dureté Vickers parallèle aux fibres. Le second résulte d'un essai de dureté Brinell perpendiculaire aux fibres.

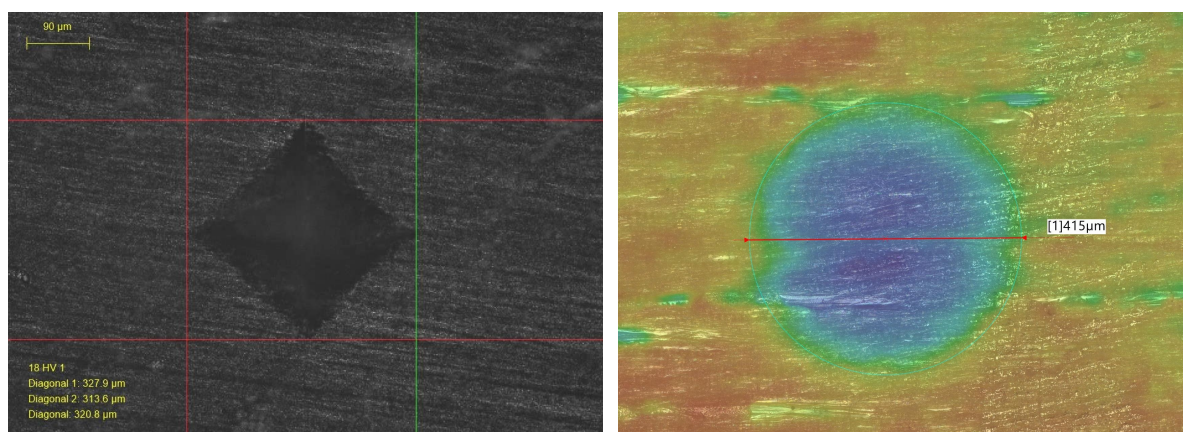


FIGURE 3.8 – Observations microscopiques d'indents d'un essai de dureté Vickers parallèle aux fibres (gauche) et d'un essai de dureté Brinell perpendiculaire aux fibres (droite)

### Dureté parallèle aux fibres

La dureté parallèle aux fibres a été déterminée via la méthode Vickers. Elle correspond à la dureté mesurée dans la direction longitudinale et permet d'établir un profil de dureté sur la section de l'échantillon. Pour ce faire, des points de mesure ont été répartis sous forme d'un réseau d'indentations sur la section de l'échantillon. Le réseau d'indentations est organisé en quatre rangées et séparé en deux zones, comme l'illustre la Figure 3.9. Les mesures de dureté obtenues à partir des deux rangées extérieures (bleu) sont regroupées sous l'appellation de "zone extérieure" dans la suite de cette section. De la même manière, les mesures de dureté provenant des deux rangées intérieures (vert) sont identifiées comme la "zone centrale".



FIGURE 3.9 – Représentation de la zone centrale et de la zone extérieure

La dureté Vickers (HV) minimale, maximale et moyenne, parallèle aux fibres, du bois brut et densifié est donnée à la Table 3.3.

		Bois brut	Bois densifié à 140 °C	Bois densifié à 170 °C
Zone centrale	$HV$	2,85 - 3,48	11,10 - 26,20	15,10 - 35,30
	$\overline{HV}$	3,17	16,28 + <b>414</b> %	23,01 + <b>626</b> %
Zone extérieure	$HV$	2,85 - 3,48	9,90 - 23,20	10,50 - 25,10
	$\overline{HV}$	3,17	15,34 + <b>384</b> %	17,25 + <b>444</b> %

TABLE 3.3 – Dureté Vickers (HV) parallèle aux fibres du bois brut et densifié

La densification du bois a mené à une augmentation considérable de la dureté. Contrairement à la résistance à la flexion et au module d'élasticité, cette augmentation est plus marquée pour le bois densifié à 170 °C que pour celui densifié à 140 °C. La dégradation avancée des polymères entraînée par la densification à 170 °C a par conséquent un impact minime sur la dureté. En revanche, la densification à 170 °C a mené à une densité plus élevée par la réduction plus importante des pores et des espaces intercellu-

laire à cette température. Cette haute densité s'explique aussi par un moindre retour viscoélastique et conduit à une dureté plus élevée.

On observe également que, dans les conditions de densification de ce travail, la dureté est plus élevée dans la zone centrale que dans la zone extérieure des échantillons. Cette différence de dureté s'explique par le durcissement plus rapide de la zone extérieure lors de la densification. Sous l'effet de la pression et de la chaleur, l'humidité présente dans le bois migre sous forme de vapeur vers le centre de l'échantillon et s'échappe par les faces latérales de celui-ci. Cela entraîne une diminution rapide de la teneur en eau dans la zone extérieure, contrairement à la zone centrale qui évacue l'humidité par les faces latérales tout en récupérant l'humidité provenant des zones extérieures.

Or, la température de transition vitreuse augmente lorsque la teneur en eau diminue. Lorsqu'elle devient supérieure à la température interne de l'échantillon, le bois retrouve son état vitreux et durcit. En raison de la diminution rapide de la teneur en eau de la zone extérieure, ce processus de durcissement se produit rapidement dans cette région. Cela entraîne un durcissement du bois dans une conformation plus ou moins déformée, dans laquelle persistent des vides cellulaires. En revanche, le durcissement de la zone centrale des échantillons se produit plus tardivement, permettant une déformation plus avancée dans cette zone. Par conséquent, une différence de densité apparaît entre la zone centrale, plus dense, et la zone extérieure, moins dense. Étant donné que la dureté est proportionnelle à la densité, cela explique la dureté plus faible dans la zone extérieure.

Les diagrammes exprimant la dureté parallèle aux fibres de la zone centrale et extérieure en fonction de la masse volumique sont illustrés aux Figures 3.10 et 3.11.

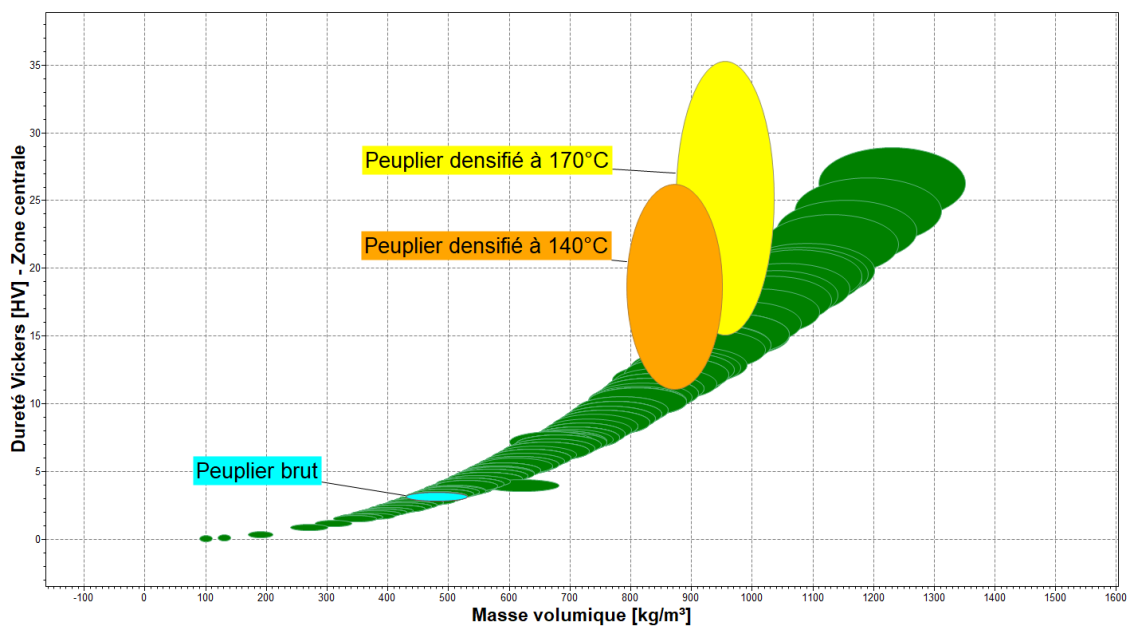


FIGURE 3.10 – Diagramme de la dureté Vickers parallèle aux fibres en fonction de la masse volumique de diverses essences (vert), du peuplier brut (bleu) et de la zone centrale du peuplier densifié (jaune et orange) [Granta EduPack]

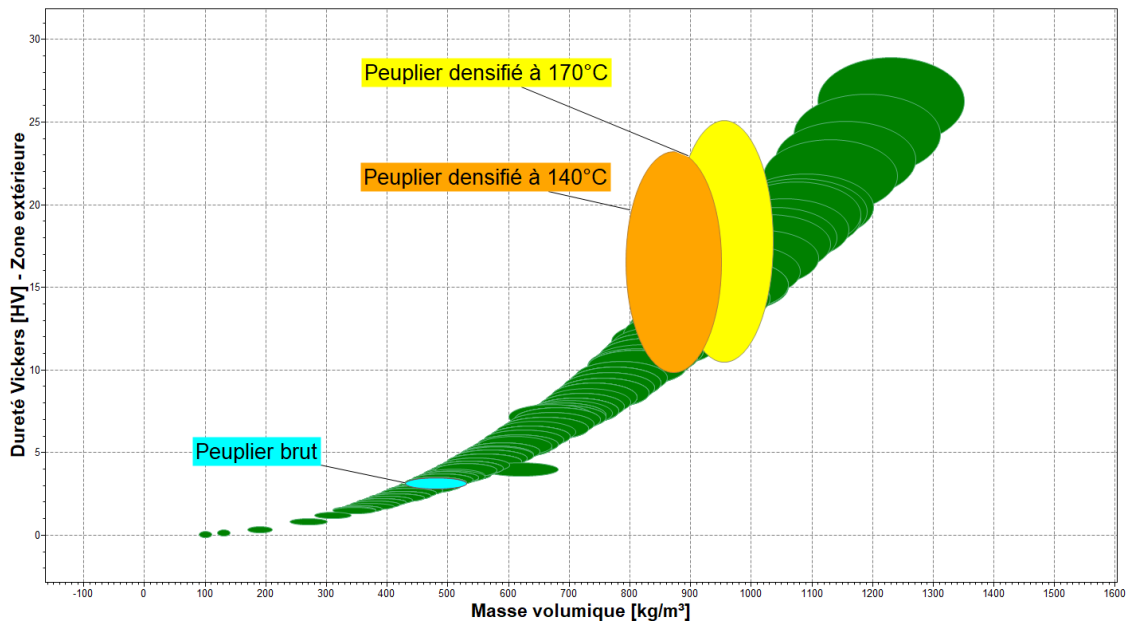


FIGURE 3.11 – Diagramme de la dureté Vickers parallèle aux fibres en fonction de la masse volumique de diverses essences (vert), du peuplier brut (bleu) et de la zone extérieure du peuplier densifié (jaune et orange) [Granta EduPack]

On constate que la dureté parallèle aux fibres du bois densifié aux deux températures est en moyenne largement supérieure à celle d'autres essences de même densité. Néanmoins, sa variabilité a considérablement augmenté suite à la densification, en particulier dans la zone centrale des échantillons densifiés à 170 °C. Cela s'explique par la présence de microfissures dans cette zone qui conduisent à une dispersion substantielle des résultats.

### Dureté perpendiculaire aux fibres

La dureté perpendiculaire aux fibres a été déterminée via la méthode Brinell. Elle correspond à la dureté mesurée dans la direction radiale et permet de définir la dureté de la surface des échantillons. Cela revêt une importance primordiale dans certaines applications comme les parquets ou les terrasses.

La dureté Brinell (HB) minimale, maximale et moyenne, perpendiculaire aux fibres, de la surface du bois brut et densifié est donnée à la Table 3.4.

On observe une augmentation significative de la dureté perpendiculaire aux fibres avec la densification. Cependant, contrairement à la dureté parallèle aux fibres, la dureté perpendiculaire aux fibres est en moyenne légèrement plus faible pour les échantillons densifiés à 170 °C que pour ceux densifiés à 140 °C. Cette moindre dureté s'explique par le fait que, comme on peut l'observer sur la Figure 3.3, les échantillons densifiés à 170 °C présentent des zones peu densifiées en surface. Ces dernières ont par conséquent tendance à faire chuter la moyenne. En revanche, si on ne considère que la partie fortement densifiée de ces échantillons, on obtient des valeurs plus élevées à cette température.

	Bois brut	Bois densifié à 140 °C	Bois densifié à 170 °C
$HB$	9,90 - 12,10	14,68 - 33,81	14,47 - 32,14
$\overline{HB}$	11	23,55 + 114 %	22,71 + 106 %

TABLE 3.4 – Dureté Brinell (HB) perpendiculaire aux fibres de la surface du bois brut et densifié

Le diagramme représentant la dureté Brinell perpendiculaire aux fibres en fonction de la masse volumique est illustré à la Figure 3.12.

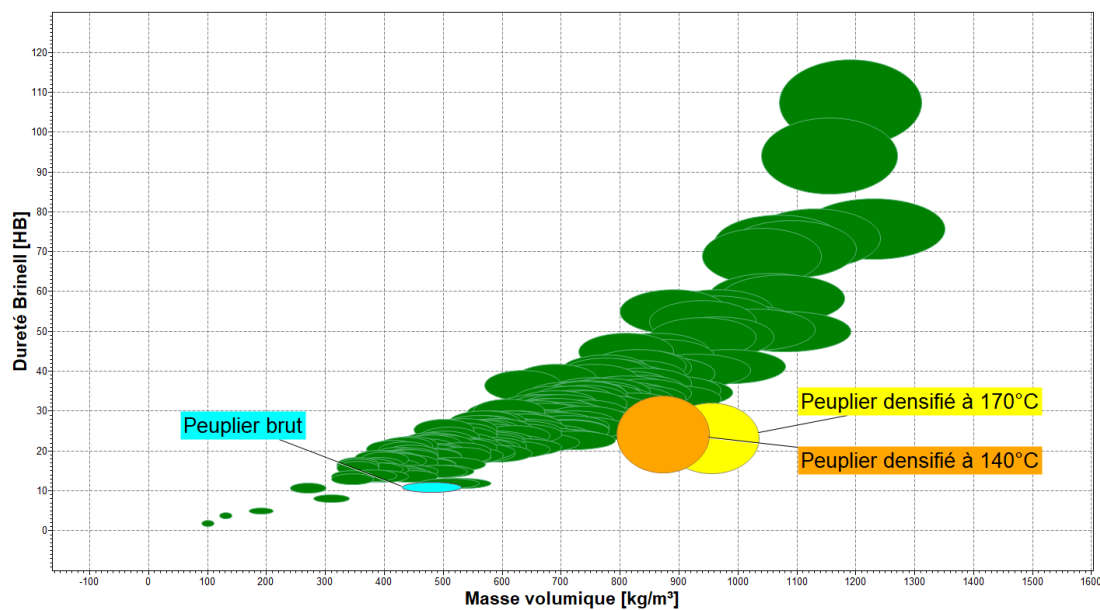


FIGURE 3.12 – Diagramme de la dureté Brinell perpendiculaire aux fibres en fonction de la masse volumique de diverses essences (vert) et du peuplier brut (bleu) et densifié (jaune et orange) [Granta EduPack]

En observant ce diagramme, on constate que la dureté perpendiculaire aux fibres du bois densifié est inférieure à celle d'autres essences de densité équivalente. Cette tendance pouvait être anticipée à partir des résultats obtenus dans le cas de la dureté parallèle aux fibres. En effet, la dureté parallèle aux fibres de la zone extérieure des échantillons densifiés s'est révélée inférieure à celle de la zone centrale. Par conséquent, une diminution de la dureté est observée à mesure que l'on s'éloigne du centre de l'échantillon. Cette diminution s'explique par le durcissement plus rapide de la zone extérieure lors de la densification, qui durcit alors dans une conformation moins déformée. Étant donné que la mesure de la dureté perpendiculaire aux fibres a été effectuée sur la surface des échantillons, il est normal d'obtenir une dureté perpendiculaire aux fibres moindre. Ceci peut également s'expliquer par la dureté perpendiculaire aux fibres naturellement basse chez le peuplier.

Par ailleurs, la densification a mené à une légère augmentation de la variabilité de la dureté perpendiculaire aux fibres. Cette dernière est toutefois largement inférieure à la variabilité de la dureté parallèle aux fibres.

### 3.3 Stabilité dimensionnelle

La stabilité dimensionnelle est une caractéristique fondamentale du bois densifié. Son étude est en effet essentielle en vue d'une utilisation dans des applications structurales ou liées au mobilier, pour lesquelles d'importantes variations de forme ne peuvent être tolérées. Il est par conséquent primordial de pouvoir comprendre et maîtriser le retour viscoélastique se produisant après la densification, ainsi que la reprise en épaisseur induite par des conditions d'humidité importantes ou le contact avec l'eau.

Cette section présente les résultats du retour viscoélastique et du taux de recouvrement du bois ayant subi le processus de densification thermo-hydrromécanique et dont les caractéristiques mécaniques ont été présentées dans la section précédente.

#### 3.3.1 Retour viscoélastique

Afin de déterminer le retour viscoélastique, plusieurs mesures ont été effectuées, à différents endroits et à différentes étapes du processus de densification.

Pour rappel, le retour viscoélastique (spring-back, SB) est exprimé par [34] :

$$SB = \frac{E_3 - E_2}{E_2} \times 100 \quad [\%] \quad (3.1)$$

Avec :  $E_2$  = Épaisseur des échantillons sous pression [mm]

$E_3$  = Épaisseur des échantillons conditionnés à température et humidité ambiantes [mm]

Les mesures de l'épaisseur des échantillons ont été effectuées à quatre positions réparties sur la longueur des échantillons, comme illustré à la Figure 3.13. Par symétrie, les données concernant les points de mesure n°1 et n°4 ont été rassemblées, de même que les données prises aux points de mesure n°2 et n°3.

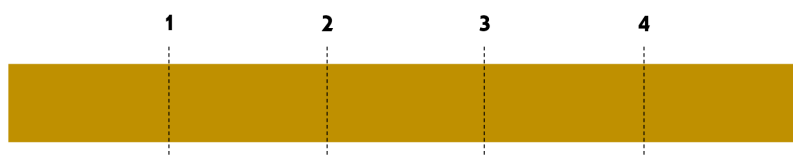


FIGURE 3.13 – Répartition des points de mesure sur la longueur d'un échantillon

La reprise en épaisseur moyenne des échantillons aux différents stades du processus de densification et le retour viscoélastique final (SB) moyen sont donnés à la Table 3.5 et représentés à la Figure 3.14. Il est important de noter que l'ensemble de ces résultats est exprimé par rapport à l'épaisseur des échantillons sous pression, soit celle des échantillons durant le maintien en position des plateaux de la presse.

	Densification à 140 °C		Densification à 170 °C	
	1-4	2-3	1-4	2-3
A l'ouverture des plateaux	+ 20,45 %	+ 33,97 %	+ 4,52 %	+ 7,73 %
Après post-traitement	+ 12,11 %	+ 24,33 %	+ 2,40 %	+ 3,64 %
Après conditionnement à température et humidité ambiantes	SB = 13,30 %	SB = 25,27 %	SB = 4,85 %	SB = 5,79 %

TABLE 3.5 – Reprise en épaisseur moyenne (par rapport à l'épaisseur des échantillons sous pression) aux différents stades de la densification

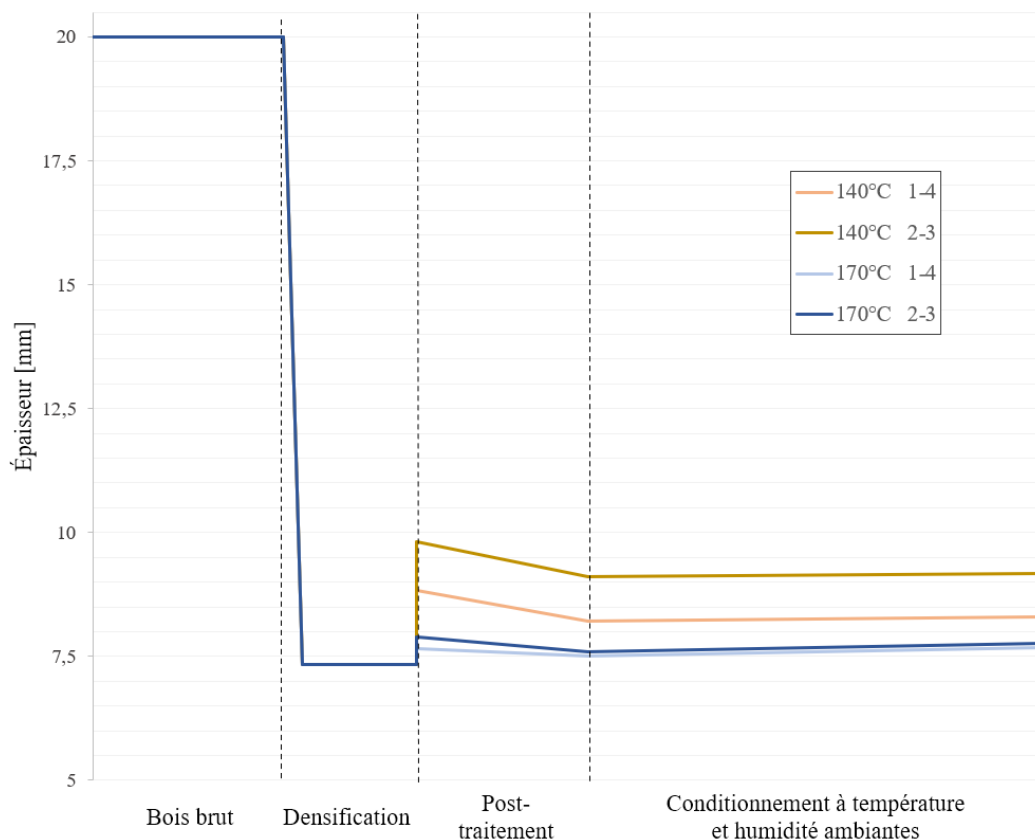


FIGURE 3.14 – Épaisseur moyenne aux différents stades de la densification

La reprise en épaisseur des échantillons varie à la fois selon la position et selon la température de densification. En effet, les échantillons densifiés à 140 °C présentent un retour viscoélastique global largement supérieur à ceux densifiés à 170 °C. En outre, la Table 3.5 révèle que les échantillons densifiés présentent un retour viscoélastique

plus important au centre qu'aux extrémités selon la direction axiale. Cela résulte en une surface légèrement bombée, en particulier chez les échantillons densifiés à 140 °C. De plus, la densification à 140 °C a également conduit à un retour viscoélastique plus important au centre qu'aux extrémités selon la direction tangentielle, comme on peut l'observer sur la Figure 3.2.

A l'ouverture des plateaux de la presse, les échantillons subissent une reprise en épaisseur, qu'on peut qualifier de retour élastique immédiat, plus ou moins importante selon la position et la température de densification. Ces résultats s'expliquent par plusieurs facteurs.

Avant la densification, les échantillons ont été prétraités en enceinte climatique à 95 °C et 98 % d'humidité. Leur teneur en eau a alors fortement augmenté pour atteindre  $24 \pm 1$  %. Lors de la densification, l'eau contenue dans le bois migre sous forme de vapeur vers le centre de l'échantillon sous l'effet de la chaleur et de la pression. Elle s'échappe ensuite par les faces latérales ou par les extrémités de l'échantillon, créant un gradient d'humidité en son sein. Cela explique la variation du retour viscoélastique selon la position dans l'échantillon. Lors de l'ouverture de la presse, l'eau est présente en plus grande quantité au centre de l'échantillon et étant incompressible, elle relâche la pression accumulée durant la densification. Cela découle en un retour élastique immédiat plus important au centre qu'aux bords de l'échantillon.

De plus, la diffusion de l'eau et de la vapeur dans le bois est dépendante de la température et de la direction. L'évolution du coefficient de diffusion avec la température suit une loi d'Arrhenius [32] [26] :

$$D = D_0 \exp\left(-\frac{E_b}{RT}\right) \quad [m^2/s] \quad (3.2)$$

Avec :  $D_0 =$  Constante d'Arrhenius [ $m^2/s$ ]

$E_b =$  Énergie d'activation du bois [ $Jmol^{-1}$ ]

$R =$  Constante des gaz parfaits [ $JK^{-1}mol^{-1}$ ]

$T =$  Température [ $K$ ]

De cette loi, on observe qu'une hausse de la température entraîne une augmentation du coefficient de diffusion. Ainsi, une densification à 170 °C accélère l'évacuation de l'humidité présente dans l'échantillon par une plus grande diffusion, comparativement à une densification à 140 °C. Cela explique pourquoi les échantillons densifiés à 170 °C, présentant une teneur en eau plus faible à l'ouverture des plateaux, affichent une surface plus plate et un retour viscoélastique plus faible que ceux densifiés à 140 °C. D'autre part, le coefficient de diffusion longitudinal est plus important que le coefficient de diffusion transversal. Pour un bois d'une masse volumique de  $500 \text{ kg/m}^3$ , on obtient un rapport  $D_l/D_t$  d'environ 2,5 [2]. L'eau se déplace et s'évacue donc plus facilement dans la direction longitudinale que dans la direction transversale.

La forme bombée s'explique également par le durcissement plus important du bois sur les extrémités qu'au centre des échantillons. La température de transition vitreuse des composants du bois dépend directement de la teneur en eau. Plus la teneur en eau est élevée, plus la température de transition vitreuse est basse. Puisque la vapeur s'échappe par les faces latérales et par les extrémités des échantillons, la teneur en eau diminue fortement dans ces régions. La température de transition vitreuse augmente alors et dépasse la température interne de l'échantillon. Pendant le maintien des plateaux de la presse, les constituants du bois durcissent dès lors dans leur nouvelle conformation, ce qui a pour effet de diminuer le retour viscoélastique sur les extrémités de l'échantillon.

Par ailleurs, le retour viscoélastique global plus faible chez les échantillons densifiés à 170 °C est également dû à la dégradation des hémicelluloses. Les hémicelluloses se dégradent à 160 °C [8] et cela permet le réarrangement des microfibrilles dans la matrice de lignine en diminuant la liaison entre la cellulose et la lignine. Les hémicelluloses ne sont donc pas dégradées lors de la densification à 140 °C et la relaxation des contraintes internes est plus faible car le réarrangement des microfibrilles est limité. En revanche, une densification à 170 °C permet la dégradation des hémicelluloses et une relaxation des contraintes importante.

Après la densification, les échantillons ont été soumis à un post-traitement à 180 °C pendant 45 minutes. Comme on peut l'observer à la Table 3.5, ceux-ci subissent une diminution de l'épaisseur lors du post-traitement. En réalité, plusieurs phénomènes se produisent simultanément.

A haute température, on observe une évacuation de l'humidité encore présente dans les échantillons après la densification. De la relation 3.2, on déduit par ailleurs que cette évacuation est plus rapide lors du post-traitement que lors de la densification, la température de post-traitement étant supérieure aux températures de densification. La réduction de la teneur en eau entraîne par conséquent une diminution de l'épaisseur des échantillons.

Le post-traitement a pour but de fixer la déformation dans la nouvelle conformation, qui n'est pas encore stable à la sortie de la densification. Cette fixation de la déformation s'effectue à nouveau par la dégradation des hémicelluloses et par le durcissement des constituants du bois. Puisque la conformation n'est pas encore stable, il s'opère durant le post-traitement une légère reprise en épaisseur due aux contraintes internes qui persistent encore dans les échantillons après la densification. Cette reprise en épaisseur est toutefois largement inférieure à la réduction de l'épaisseur qui se produit par l'évacuation de l'humidité. C'est pourquoi on constate une diminution générale de l'épaisseur des échantillons lors du post-traitement. La dégradation des hémicelluloses réduit par ailleurs l'hygroscopicité du bois, ce qui lui permet d'être plus stable dans des conditions d'humidité importante [29].

Finalement, lors du conditionnement à température et humidité ambiantes, les échantillons gagnent en épaisseur par l'absorption d'humidité de l'environnement. Malgré la dégradation des hémicelluloses, le bois conserve en effet un caractère hygroscopique. Après le post-traitement, les échantillons possèdent une faible teneur en eau due à l'évacuation de l'humidité qui s'est produite lors de la densification et du post-traitement. Ils absorbent alors l'humidité de l'environnement afin de se trouver en équilibre avec les conditions ambiantes, ce qui explique la reprise en épaisseur. Cette reprise en épaisseur pourrait également s'expliquer par le fait qu'il persiste, même après le post-traitement, des contraintes internes dans les échantillons. Bien que faibles, celles-ci pourraient causer un léger retour viscoélastique.

En conclusion, les échantillons subissent un retour viscoélastique après la densification, que l'on peut décomposer en un retour élastique immédiat à l'ouverture des plateaux et en une reprise en épaisseur différée lors du post-traitement et du conditionnement à température et humidité ambiantes. Ce retour viscoélastique s'avère plus important dans le cas de la densification à 140 °C qu'à 170 °C. L'ensemble des variations d'épaisseur, à la fois aux différents stades de la densification mais aussi aux différentes positions des échantillons, sont principalement dues au mouvement de l'humidité dans les échantillons, au durcissement des constituants du bois et à la libération des contraintes internes.

### 3.3.2 Taux de recouvrement

Pour rappel, le taux de recouvrement (compression set recovery, CSR) est exprimé par [34] :

$$CSR = \frac{E_4 - E_3}{E_1 - E_3} \times 100 \quad [\%] \quad (3.3)$$

Avec :  $E_1$  = Épaisseur initiale des échantillons avant densification [mm]

$E_3$  = Épaisseur des échantillons conditionnés à température et humidité ambiantes [mm]

$E_4$  = Épaisseur des échantillons après trempage dans l'eau [mm]

Les taux de recouvrement moyens après chaque cycle de trempage-séchage sont donnés à la Table 3.6. La Figure 3.15 représente l'épaisseur des échantillons aux différents stades du trempage dans l'eau.

On observe une augmentation des taux de recouvrement après chaque cycle de trempage-séchage, ainsi qu'une diminution du taux de recouvrement lorsque la température de densification augmente. Ces observations concordent avec les résultats de Qilan Fu [12], qui a étudié le taux de recouvrement après plusieurs cycles de trempage-séchage d'échantillons d'érable à sucre densifiés à différentes températures.

	Bois densifié à 140 °C	Bois densifié à 170 °C
Après 24 h de trempage	+ 34,16 %	+ 24,37 %
Après séchage	+ <b>31,50 %</b>	+ <b>19,51 %</b>
Après 48 h de trempage	+ 45,24 %	+ 31,58 %
Après séchage	+ <b>32,78 %</b>	+ <b>21,53 %</b>
Après 96 h de trempage	+ 50,73 %	+ 37,23 %
Après séchage	+ <b>38,69 %</b>	+ <b>25,06 %</b>

TABLE 3.6 – Taux de recouvrement moyens aux différents cycles de trempage-séchage d'échantillons densifiés à 140°C et 170°C

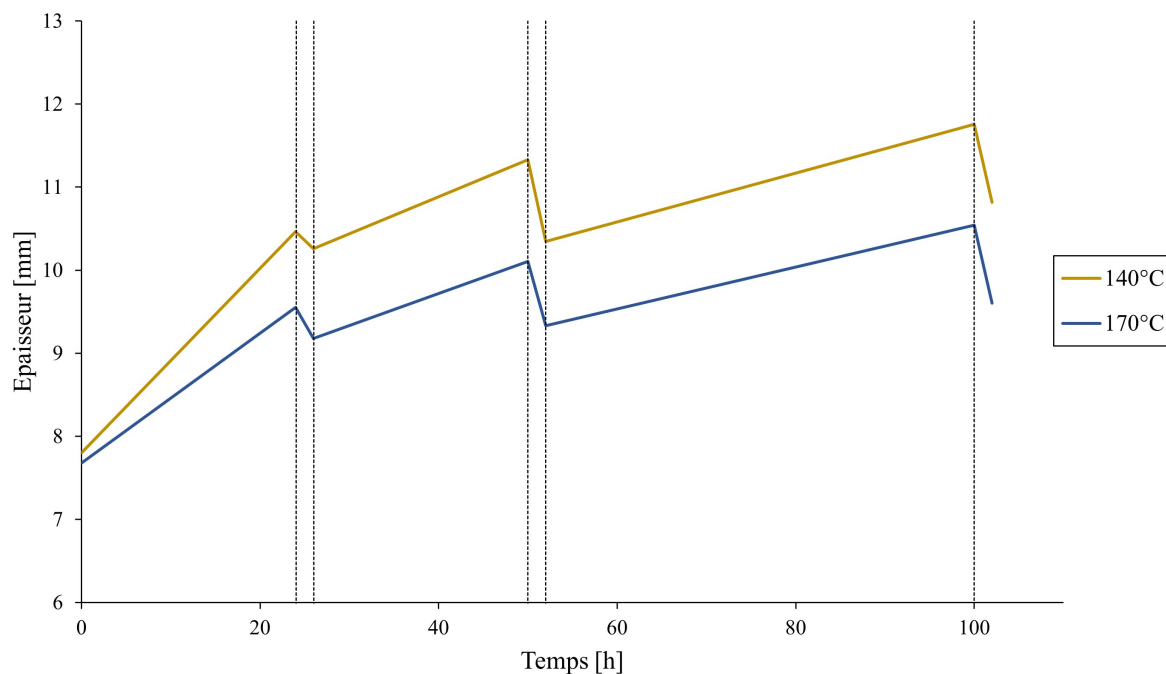


FIGURE 3.15 – Épaisseur moyenne d'échantillons densifiés à 140 °C et 170 °C soumis à des cycles de trempage-séchage

La diminution du taux de recouvrement avec l'augmentation de la température de densification peut à nouveau s'expliquer par la dégradation des hémicelluloses. Celle-ci permet le réarrangement des microfibrilles dans la matrice de lignine et réduit l'hygroscopicité du bois. Il est dès lors plus stable dans des conditions d'humidité importantes [29] et, dans le cas présent, lors du trempage dans l'eau.

Les résultats présentés à la Table 3.6 sont légèrement inférieurs aux résultats d'autres études portant sur la densification thermo-hydomécanique. En 2017, Bao et al. ont densifié du peuplier à 160 °C avec divers ratios de compression. Avec un ratio de compression de 60 %, soit le ratio le plus proche de celui de 62,5 % de la présente étude,

ils ont obtenu un taux de recouvrement final d'environ 58 % [3]. Dans une étude publiée en 2019, Qilan Fu a densifié de l'érable à sucre avec un ratio de compression de 50 % à des températures allant de 180 °C à 210 °C. À 180 °C, elle a obtenu un taux de recouvrement final de 30,4 % [12]. Les taux de recouvrement plus faibles obtenus dans ce travail peuvent s'expliquer par la durée prolongée du post-traitement, qui a engendré une dégradation avancée des hémicelluloses. En effet, Bao et al. ont post-traité les échantillons durant 20 minutes et Qilan Fu pendant 25 minutes, contre 45 minutes dans la présente étude.

### 3.3.3 Relaxation des contraintes

La densification des échantillons se réalise en deux phases. La première consiste en la compression du bois dans sa direction radiale afin de diminuer le volume des cellules. La seconde comprend le maintien en position des plateaux de la presse permettant au bois de relaxer les contraintes internes accumulées durant la compression et par conséquent de réduire le retour viscoélastique.

Dans le cadre de ce travail, la vitesse de compression a été définie à 4 mm/min et la durée de maintien des plateaux a été configurée à 30 minutes. En observant les courbes contrainte-temps issues de la densification, illustrées à la Figure 3.16, on constate qu'il subsiste au sein des échantillons des contraintes internes non-négligeables au moment de l'ouverture de la presse. Celles-ci sont par ailleurs plus élevées dans le cas de la densification à 140 °C.

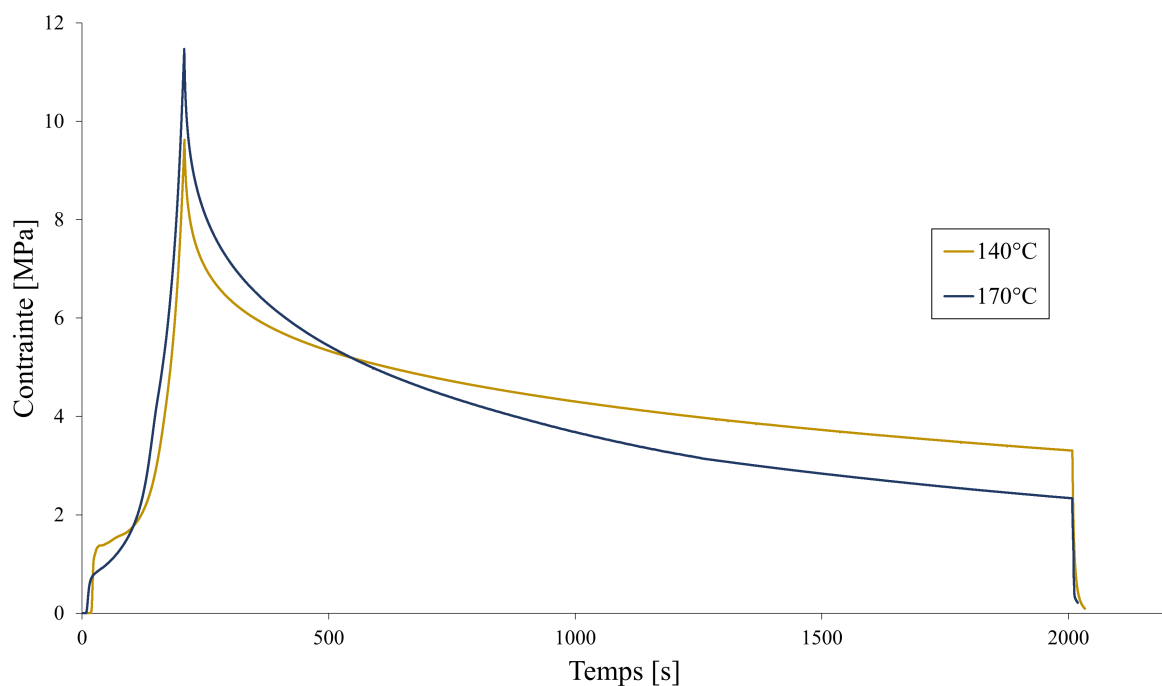


FIGURE 3.16 – Courbes contrainte-temps de la densification

A la suite de ces observations, plusieurs essais ont été réalisés afin d'étudier l'impact de la durée de densification, en particulier la durée de maintien des plateaux, et de la température de densification sur la relaxation des contraintes. La relaxation des contraintes permet en effet une réduction du retour viscoélastique et par conséquent une meilleure stabilité dimensionnelle des échantillons densifiés. Le diagramme contrainte-temps de ces essais est illustré à la Figure 3.17.

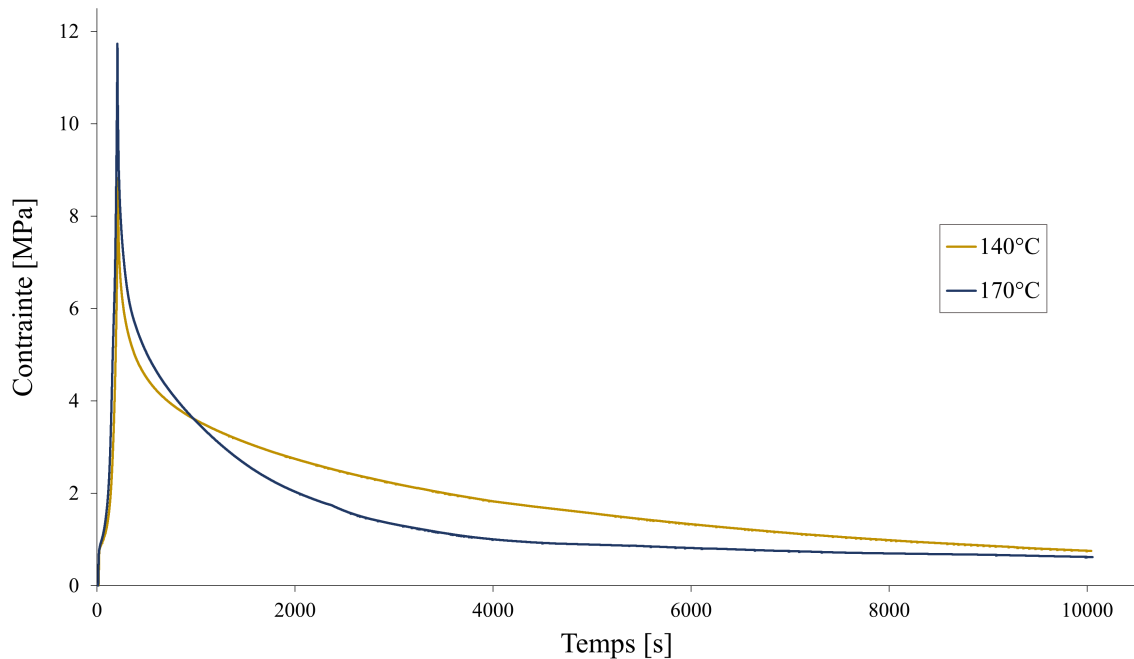


FIGURE 3.17 – Essais de relaxation des contraintes

La relaxation des contraintes s'opère plus rapidement et est plus importante lorsque la température de densification augmente. En effet, la relaxation des contraintes est liée à trois phénomènes étroitement liés à la température.

Tout d'abord, les échantillons subissent un prétraitement avant la densification, ce qui cause une augmentation de leur teneur en eau. Lors de la densification, l'eau présente à l'intérieur des échantillons accumule de la pression. Étant incompressible, elle libère cette pression à l'ouverture de la presse, avec pour conséquence un retour élastique immédiat. La relaxation des contraintes implique donc l'évacuation de l'humidité interne afin de réduire la reprise en épaisseur due au relâchement de la pression accumulée dans les molécules d'eau. De la relation 3.2, on conclut que plus la température de densification est élevée, plus le coefficient de diffusion est important, ce qui cause une accélération de l'évacuation de l'eau.

La relaxation des contraintes est également due à la dégradation des hémicelluloses. La compression du bois entraîne une accumulation de contraintes internes. La dégradation des hémicelluloses permet le réarrangement des microfibrilles dans la matrice de lignine en réduisant la liaison entre la cellulose et la lignine. Les microfibrilles se réorganisent

alors dans une nouvelle conformation plus stable dans la configuration du bois densifié. Ce réarrangement des microfibrilles entraîne une libération progressive des contraintes internes accumulées dans les parois cellulaires. Les hémicelluloses se dégradant à 160 °C, leur dégradation ne se produit pas lors de la densification à 140 °C, ce qui explique la relaxation des contraintes plus faible à cette température.

Enfin, la relaxation des contraintes implique le durcissement du bois dans sa conformation densifiée. A une température supérieure à la température de transition vitreuse, le bois présente un comportement caoutchouteux que l'on peut qualifier de ductile et élastique. Lors de la compression, il se déforme alors plus facilement sans causer l'apparition de fissures. C'est pourquoi la densification s'effectue au-delà de la température de transition vitreuse. Cette dernière diminue par ailleurs lorsque la teneur en eau augmente. Par conséquent, au fur et à mesure de l'évacuation de l'eau présente à l'intérieur des échantillons lors du maintien des plateaux, leur température de transition vitreuse augmente progressivement. Lorsqu'elle devient supérieure à la température de densification, le bois retrouve son comportement vitreux, rigide et fragile. Il durcit alors dans sa conformation densifiée, ce qui induit une plus grande stabilité dimensionnelle des échantillons.

Ces trois mécanismes se produisent simultanément et expliquent la relaxation des contraintes qui s'opère lors du maintien des plateaux de la presse.

En observant la Figure 3.17, on constate qu'il est presque possible de relaxer l'ensemble des contraintes internes accumulées lors de la compression. Cependant, la forme de la courbe contrainte-temps varie selon la température de densification. Dans le cas de densification à 170 °C, la contrainte interne atteint assez rapidement un plateau et ne diminue presque plus par la suite. En revanche, elle diminue graduellement dans le cas de la densification à 140 °C. Par conséquent, afin de limiter le retour viscoélastique, il peut être judicieux non seulement d'augmenter la durée de maintien des plateaux mais également de l'adapter à la température de densification. Il est toutefois important de noter que l'augmentation de la durée de densification engendre une hausse des coûts énergétiques, ce qui soulève la question de parvenir à un équilibre optimal entre les bénéfices et les coûts.

### 3.4 Densification avec mise en forme du bois

Un autre objectif de ce travail est l'étude du comportement du bois à la densification avec mise en forme. La densification avec mise en forme consiste à densifier le bois afin d'améliorer ses caractéristiques mécaniques tout en lui imposant une certaine forme. Pour ce faire, les échantillons ont été soumis à la densification en étant moulés à l'aide d'un moule en aluminium, illustré à la Figure 2.10.

Diverses conditions de densification ont été expérimentées afin d'identifier les paramètres optimaux permettant aux échantillons de conserver au mieux la géométrie imposée par le moule. Deux paramètres ont été testés : le pourcentage d'humidité lors du prétraitement et la température de densification. Les autres paramètres sont restés identiques à ceux utilisés dans les sections précédentes et résumés à la Figure 2.2, à l'exception du ratio de compression qui a été réduit. Par ailleurs, puisque le bois subit une mise en forme, la densification se réalise avec deux ratios de compression différents. Les zones les moins comprimées ont donc un ratio de compression  $RC = 20\%$  et les zones les plus comprimées ont un ratio de compression  $RC = 40\%$ .

### 3.4.1 Effet de la teneur en eau

Dans la première série de tests (Figure 3.18), les échantillons ont été densifiés dans les mêmes conditions mais ont subi un prétraitement différent. Le premier échantillon (a) a subi un prétraitement à 65 %H, le deuxième (b) à 80 %H et le troisième (c) à 98 %H. Le prétraitement s'est réalisé à 95 °C et la densification à 170 °C.

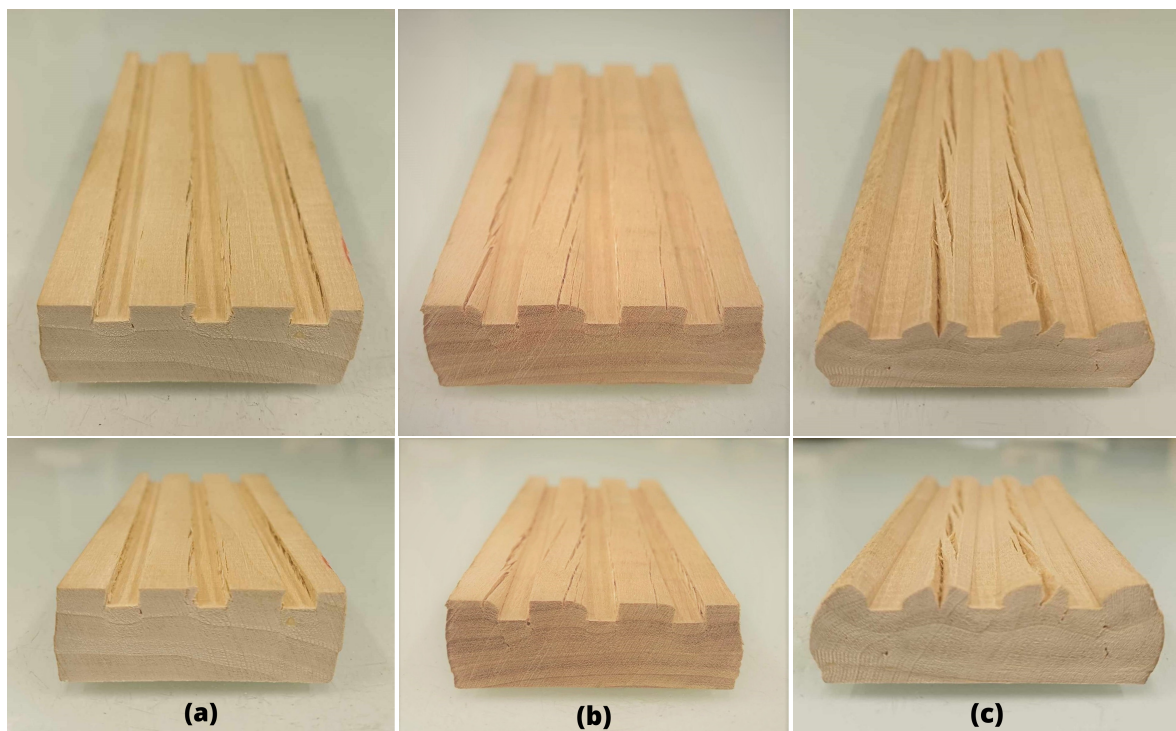


FIGURE 3.18 – Échantillons densifiés avec mise en forme ayant subi un prétraitement à 65 %H (a), 80 %H (b) et 98 %H (c)

De cette première série de tests, on constate que le pourcentage d'humidité du prétraitement exerce une influence considérable sur le comportement du bois à la densification avec mise en forme. Le bois soumis à un prétraitement à 65 %H conserve mieux la géométrie imposée par le moule que lorsqu'il est soumis à un prétraitement à 98 %H. Le bois prétraité à 80 %H se trouve dans une situation intermédiaire.

Quand on hausse le taux d'humidité du prétraitement, cela augmente naturellement la teneur en eau du bois. Celle-ci atteint  $24 \pm 1\%$  pour un prétraitement à 98 %H. En lien avec la température de transition vitreuse, cette augmentation de la teneur en eau ramollit le bois, dont les polymères passent à un état caoutchouteux. Lors de la compression, les zones du bois les plus comprimées entraînent alors dans leur déformation les zones du bois les moins comprimées. Ces dernières se déforment de manière importante et une fracture se produit au centre de ces zones (Figure 3.18c). Au contraire, en prétraitant à un taux d'humidité réduit, le bois présente une faible teneur en eau, atteignant  $5 \pm 1\%$  après un prétraitement à 65 %H. Les polymères se trouvent donc dans une situation intermédiaire comprise entre les états vitreux et caoutchouteux. Durant la compression, les zones les moins comprimées des échantillons restent indépendantes des zones les plus comprimées. Elles ne se déforment par conséquent que par l'effet de la densification et on observe des petites fractures à l'interface entre ces deux zones (Figure 3.18a), dues à la différence de taux de compression.

Par ailleurs, les échantillons prétraités à un faible taux d'humidité présentent un retour viscoélastique plus important. Toutefois, ce retour viscoélastique n'altère pas la forme des échantillons et la mise en forme induite par le moule est conservée malgré la reprise en épaisseur. L'analyse du retour viscoélastique est présentée ultérieurement dans cette section.

### 3.4.2 Effet de la température

Dans la deuxième série de tests (Figure 3.19), les échantillons ont été prétraités dans les mêmes conditions (95 °C et 98 %H) mais densifiés à des températures différentes. Le premier échantillon (d) a été densifié à 140 °C, le deuxième (e) à 170 °C et le troisième (f) à 200 °C.

Les résultats de cette deuxième série d'essais mettent en évidence l'influence de la température de densification sur le comportement du bois lors de la densification avec mise en forme. Le bois densifié à 200 °C parvient à mieux conserver la géométrie imposée par le moule que le bois densifié à 140 °C. Le bois densifié à 170 °C se trouve à nouveau dans une situation intermédiaire. Cependant, on observe que l'effet de la température de densification est moins marqué que celui de la teneur en eau.

Contrairement à la première série de tests, les polymères des trois échantillons se trouvent cette fois dans un état caoutchouteux suite au prétraitement à un taux d'humidité élevé. La meilleure conservation de la forme induite par l'augmentation de la température de densification est donc probablement due à l'évacuation plus rapide de l'eau contenue dans les échantillons ainsi qu'à la dégradation plus avancée des polymères du bois. Cependant, bien que l'élévation de la température de densification favorise une meilleure conservation de la forme imposée par le moule, l'analyse de la densification thermo-hydromécanique exposée dans les sections précédentes a montré que l'augmen-

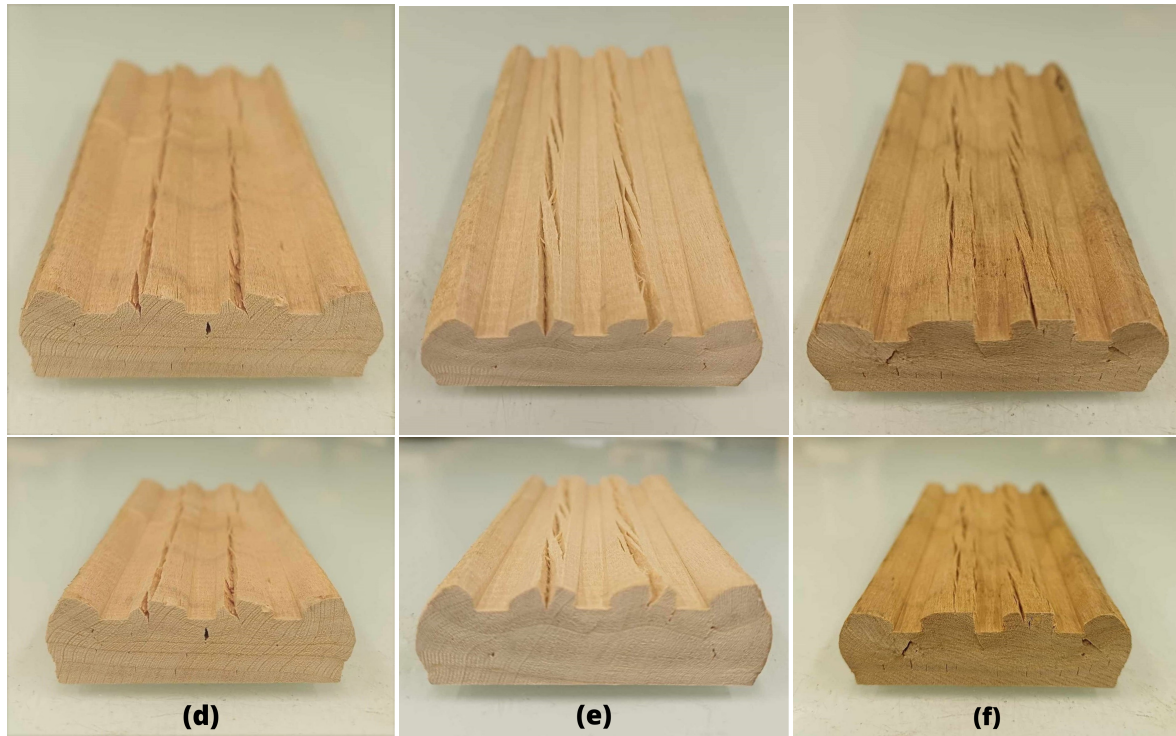


FIGURE 3.19 – Échantillons densifiés avec mise en forme à 140 °C (d), 170 °C (e) et 200 °C (f)

tation de la température de densification conduit à une réduction des caractéristiques mécaniques du bois densifié, dans le contexte des conditions expérimentales appliquées dans ce travail.

### 3.4.3 Densification à faible teneur en eau

Des résultats précédents, il devient pertinent d'étudier le comportement physique et mécanique du bois densifié ayant subi un prétraitement à 65 %H. L'objectif est d'établir si un prétraitement à 65 %H, qui favorise une meilleure conservation de la forme imposée par le moule lors de la densification en comparaison au prétraitement à 98 %H, entraîne une réduction des propriétés mécaniques et de la stabilité dimensionnelle des échantillons.

Pour ce faire, de nouveaux échantillons ont été densifiés dans les conditions présentées à la Figure 3.20. La différence avec les conditions expérimentales appliquées précédemment réside dans le taux d'humidité du prétraitement et la température de densification. Les échantillons ont été soumis à un prétraitement à 65 %H au lieu de 98 %H et seule la température de densification de 170 °C a été expérimentée. Cette section présente une analyse comparative des résultats de la densification avec un prétraitement à 65 %H par rapport à la densification avec un prétraitement à 98 %H réalisée précédemment.

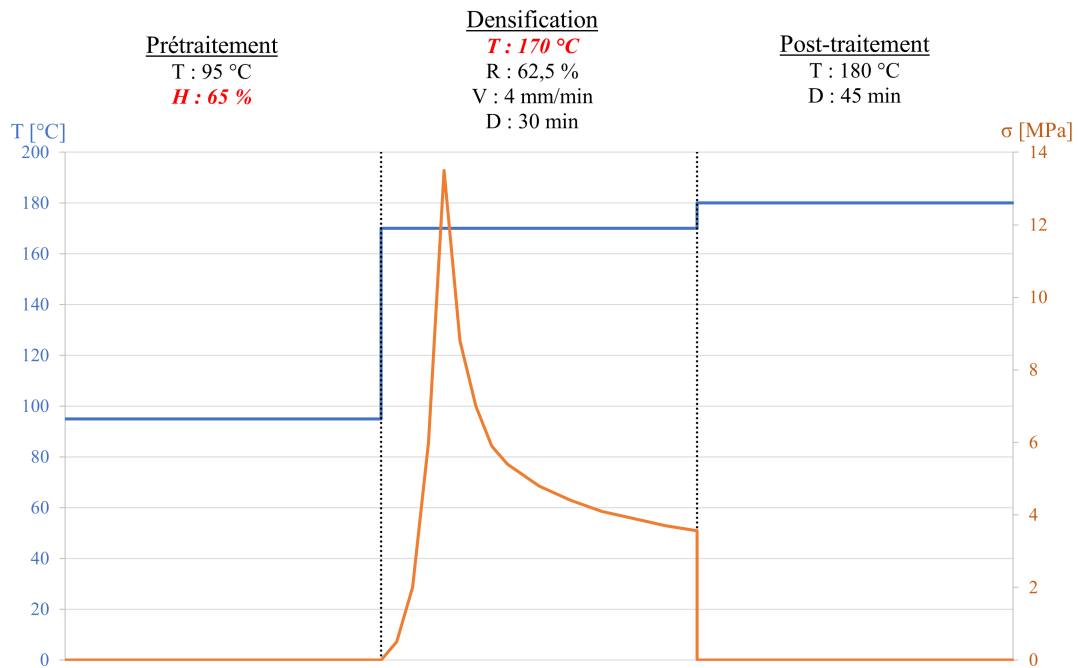


FIGURE 3.20 – Paramètres de densification et évolution de la température et de la contrainte durant la densification thermo-hydomécanique à faible teneur en eau

### Observation au microscope 3D

L'observation microscopique d'un échantillon prétraité à 65%H et densifié à 170 °C est présentée à la Figure 3.21. L'observation d'un échantillon prétraité à 98%H a été illustrée précédemment à la Figure 3.3.



FIGURE 3.21 – Observation microscopique de la section d'un échantillon prétraité à 65%H et densifié à 170 °C

On constate que suite au prétraitement à 65%H, l'échantillon affiche une teinte plus claire, signe qu'il subsiste davantage de lumens et d'espaces intercellulaires. Les deux échantillons présentent en revanche une forme semblable, avec des cernes légèrement inclinées qui indiquent qu'un phénomène de cisaillement s'est produit lors de la densification. Toutefois, contrairement aux échantillons prétraités à 98%H, ceux prétraités

à 65 %H ne présentent pas de microfissures dans leur structure. On observe également l'épaisseur plus importante des échantillons prétraités à 65 %H, ce qui suggère une stabilité dimensionnelle réduite.

### Résistance à la flexion et module d'élasticité

La résistance à la flexion  $\sigma_f$  et le module d'élasticité  $E_f$  moyens du bois brut et densifié sont donnés à la Table 3.7.

	Bois brut	Bois densifié à 170 °C prétraité à 98 %H	Bois densifié à 170 °C prétraité à 65 %H
$\bar{\sigma}_f$ [MPa]	64	130,5 + <b>104</b> %	95,3 + <b>49</b> %
$\bar{E}_f$ [GPa]	10	15,4 + <b>54</b> %	14,5 + <b>45</b> %

TABLE 3.7 – Résistance à la flexion et module d'élasticité du bois brut et densifié

En comparaison avec le prétraitement à 98 %H, le prétraitement à 65 %H a conduit à une diminution significative de la résistance à la flexion et à une faible réduction du module d'élasticité. Ces observations rejoignent en partie les résultats de l'étude de Qilan Fu [12], qui a densifié des échantillons d'érable à sucre à différentes températures, avec et sans vapeur. En l'absence de vapeur, elle a constaté une diminution significative de la résistance à la flexion mais également du module d'élasticité, alors que ce dernier est resté relativement stable dans le cadre de ce travail.

Cette baisse de résistance peut être attribuée à la hausse de la température de transition vitreuse résultant de la faible teneur en eau. Lors de la densification, les constituants du bois se retrouvent alors rapidement à l'état vitreux, ce qui limite considérablement leur déformabilité. Ce principe est développé en détail à la section 1.3.1. Dans ces conditions, la compression engendre non seulement la dégradation des polymères du bois, mais également l'accumulation d'importantes contraintes internes entraînant un retour viscoélastique prononcé et par conséquent une densité réduite. Ces deux facteurs contribuent à la diminution de la résistance du bois.

### Dureté

Les duretés parallèle et perpendiculaire aux fibres moyennes du bois brut et densifié sont données aux Tables 3.8 et 3.9. La définition des zones centrale et extérieure a été donnée à la section 3.2.3.

	Bois brut	Bois densifié à 170 °C prétraité à 98 %H	Bois densifié à 170 °C prétraité à 65 %H
Zone centrale $\overline{HV}$	3,17	23,01 + <b>626</b> %	14,91 + <b>370</b> %
Zone extérieure $\overline{HV}$	3,17	17,25 + <b>444</b> %	12,58 + <b>297</b> %

TABLE 3.8 – Dureté Vickers moyenne ( $\overline{HV}$ ) parallèle aux fibres

	Bois brut	Bois densifié à 170 °C prétraité à 98 %H	Bois densifié à 170 °C prétraité à 65 %H
$\overline{HB}$	11	22,71 + <b>106</b> %	16,43 + <b>49</b> %

TABLE 3.9 – Dureté Brinell moyenne ( $\overline{HB}$ ) perpendiculaire aux fibres

On constate que le prétraitement à 65 %H a mené à une nette diminution de la dureté, tant dans la direction parallèle aux fibres que dans la direction perpendiculaire aux fibres. Elle demeure toutefois largement supérieure à la dureté du bois brut. Cette diminution de la dureté peut s'expliquer de manière similaire à la baisse de la résistance à la flexion.

### Retour viscoélastique

La reprise en épaisseur moyenne aux différents stades du processus de densification et le retour viscoélastique final (SB) moyen des échantillons densifiés sont présentés à la Table 3.10.

	Bois densifié à 170 °C prétraité à 98 %H		Bois densifié à 170 °C prétraité à 65 %H	
	1-4	2-3	1-4	2-3
A l'ouverture des plateaux	+ 4,52 %	+ 7,73 %	+ 7,35 %	+ 8,15 %
Après post-traitement	+ 2,40 %	+ 3,64 %	+ 11,27 %	+ 11,89 %
Après conditionnement à température et humidité ambiantes	SB = 4,85 %	SB = 5,79 %	SB = 15,77 %	SB = 15,76 %

TABLE 3.10 – Reprise en épaisseur moyenne (par rapport à l'épaisseur des échantillons comprimés) aux différents stades de la densification

D'après ces résultats, il est évident que le prétraitement à 65 %H a engendré une réduction de la stabilité dimensionnelle des échantillons. Ces derniers présentent un retour viscoélastique environ trois fois supérieur à celui des échantillons prétraités à 98 %H. Cette conclusion pouvait être anticipée à partir des observations microscopiques des sections d'échantillons illustrées aux Figures 3.3 et 3.21, où l'échantillon prétraité à 65 %H montre une épaisseur nettement supérieure.

### Taux de recouvrement

Les taux de recouvrement moyens après chaque cycle de trempage-séchage sont donnés à la Table 3.11.

	Bois densifié à 170 °C prétraité à 98 %H	Bois densifié à 170 °C prétraité à 65 %H
Après 24h de trempage	+ 24,37 %	+ 27,44 %
Après séchage	+ <b>19,51 %</b>	+ <b>25,45 %</b>
Après 48h de trempage	+ 31,58 %	+ 38,56 %
Après séchage	+ <b>21,53 %</b>	+ <b>31,67 %</b>
Après 96h de trempage	+ 37,23 %	+ 46,34 %
Après séchage	+ <b>25,06 %</b>	+ <b>40,65 %</b>

TABLE 3.11 – Taux de recouvrement moyens aux différents cycles de trempage-séchage

De la même manière que le retour viscoélastique, le prétraitement à 65 %H a mené à une augmentation du taux de recouvrement. Ces résultats sont à nouveau en accord avec ceux de l'étude de Qilan Fu [12], qui a constaté une augmentation considérable du taux de recouvrement suite à la densification en l'absence de vapeur.

### Relaxation des contraintes

Les courbes contrainte-temps issues de la densification d'échantillons prétraités à 65 %H et 98 %H sont représentées à la Figure 3.22.

On constate qu'il subsiste au sein des échantillons prétraités à 65%<sup>o</sup>H d'importantes contraintes internes à l'ouverture de la presse. La contrainte atteint rapidement un plateau et ne diminue presque plus, ce qui engendre un retour viscoélastique important. Au regard de la courbe contrainte-temps, ce retour est par ailleurs inévitable puisqu'une augmentation de la durée de densification ne conduira qu'à une réduction négligeable des contraintes internes. Au contraire, dans le cas d'un prétraitement à 98%<sup>o</sup>H, une

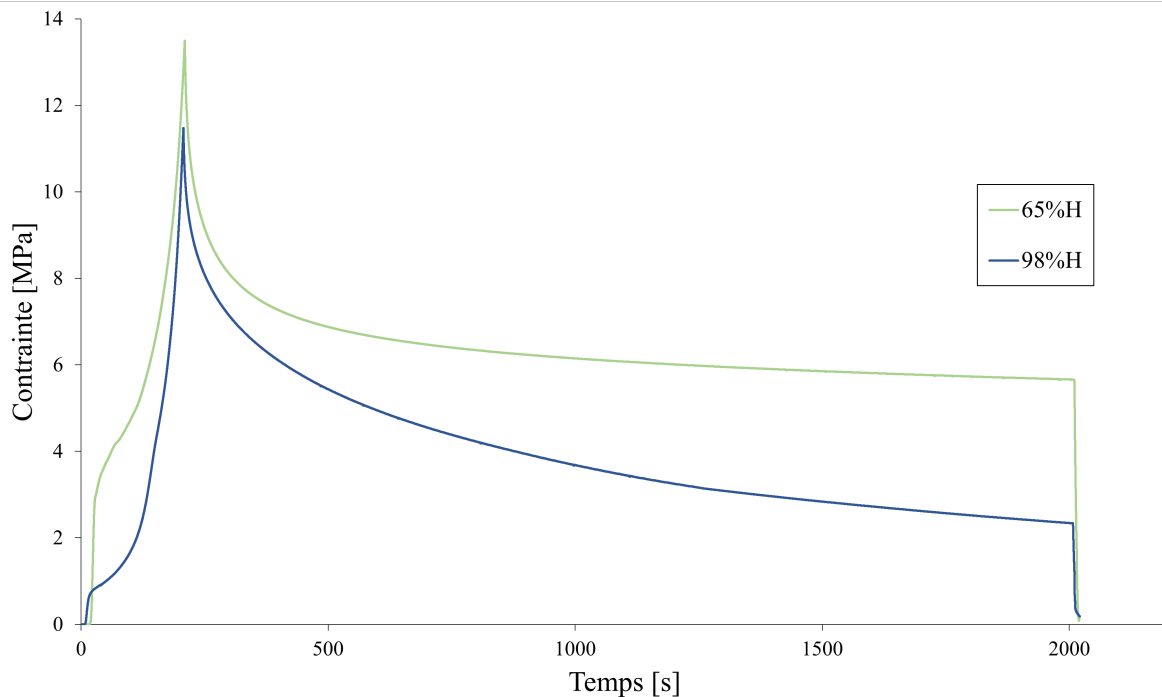


FIGURE 3.22 – Courbes de densification contrainte-temps

augmentation de la durée de densification entraînera une diminution des contraintes internes et par conséquent un retour viscoélastique plus faible.

### 3.5 Conclusion

En conclusion, la densification thermo-hydromécanique a conduit à une amélioration significative des caractéristiques mécaniques du bois, que ce soit en termes de résistance à la flexion, de module d'élasticité ou de dureté. En revanche, elle n'a pas permis de réduire la variabilité des caractéristiques mécaniques du bois. Au contraire, les plages de valeurs de résistance à la flexion et de dureté parallèle aux fibres du bois densifié se sont avérées largement plus étendues que celles d'autres essences de densité équivalente.

Il a également été constaté qu'une augmentation de la température de densification a engendré une amélioration moindre de la résistance à flexion et du module d'élasticité mais a conféré une dureté parallèle aux fibres supérieure et une meilleure stabilité dimensionnelle. La dureté perpendiculaire aux fibres était quant à elle approximativement équivalente aux deux températures. Outre l'utilisation d'une température de densification plus élevée, la stabilité dimensionnelle peut également être renforcée en prolongeant la durée de densification, en l'occurrence la durée de maintien des plateaux de la presse. Néanmoins, cela présente l'inconvénient de prolonger la durée de traitement et d'augmenter l'énergie nécessaire à la densification. Le choix optimal de la température de densification et de la durée de traitement découle donc d'un compromis

entre les caractéristiques mécaniques, la stabilité dimensionnelle ainsi que les coûts et la durée de traitement.

Concernant la densification avec mise en forme du bois, il a été constaté que la température de densification et surtout le taux d'humidité du prétraitement exercent une influence considérable sur la conservation de la géométrie imposée par le moule. Dans la perspective d'une meilleure conservation de la forme, un prétraitement à faible taux d'humidité et une température de densification très élevée sont recommandés. Cependant, il a été démontré que ces paramètres conduisent à une réduction des caractéristiques mécaniques du bois. Par conséquent, l'enjeu réside dans la détermination de conditions expérimentales qui assurent des caractéristiques mécaniques optimales tout en garantissant la conservation de la forme imposée par le moule.

# Conclusion

Afin de garantir une gestion durable et résiliente des forêts belges, le secteur forestier cherche à diversifier les espèces d'arbres en combinant celles cultivées aujourd'hui pour le bois de construction à d'autres essences à croissance rapide, de moindre densité. Cette diversification permet en effet de réduire la vulnérabilité des forêts face aux maladies et aux parasites spécifiques à une espèce, mais aussi de s'adapter aux conditions climatiques changeantes en augmentant les chances de voir certains individus résister aux aléas climatiques à venir. Il est dès lors primordial de trouver des moyens pour valoriser le bois de faible densité, souvent sous-utilisé dans l'industrie. L'une des voies envisagées consiste à le densifier afin d'en augmenter la résistance et de ce fait élargir son spectre d'application, notamment en permettant son utilisation à des fins structurales.

Dans cette optique, ce travail avait pour objectif l'étude du comportement du bois lors de la densification thermo-hydrromécanique et la caractérisation des propriétés physiques et mécaniques du bois densifié.

Le premier chapitre a été consacré à la revue de littérature dans le but d'établir les connaissances nécessaires à la compréhension du comportement du bois lors de la densification thermo-hydrromécanique. Les propriétés physiques, mécaniques et chimiques propres au matériau bois ont donc été présentées, ainsi que les caractéristiques spécifiques au peuplier, essence étudiée dans ce travail. L'étude des mécanismes de la densification thermo-hydrromécanique a ensuite permis de comprendre les différents phénomènes sous-jacents se produisant lors de ce processus. Enfin, l'analyse détaillée de diverses méthodes de densification issues de la littérature et de leurs résultats a permis de tirer des conclusions sur l'impact des différents paramètres de densification tels que l'humidité, la température ou le taux de compression sur les propriétés du bois densifié. La compréhension approfondie de ces phénomènes s'est avérée essentielle pour analyser et interpréter les résultats obtenus dans le cadre de cette étude.

Le deuxième chapitre a présenté une description précise du matériel utilisé dans ce travail ainsi que des différentes méthodes expérimentales employées pour réaliser la densification thermo-hydrromécanique et pour évaluer les caractéristiques physiques et mécaniques du bois densifié. Les paramètres utilisés lors des divers essais ont également été détaillés afin de permettre une reproduction fidèle de ces tests à l'avenir. Cette

approche ouvre la voie à de futures recherches dans ce domaine, tout en garantissant la rigueur et la comparabilité des résultats.

Le troisième chapitre a exposé les résultats de la densification thermo-hydrromécanique effectuée dans cette étude. Ces résultats offrent plusieurs enseignements.

Tout d'abord, la densification thermo-hydrromécanique a conduit à une amélioration significative des caractéristiques mécaniques du bois, tant en ce qui concerne la résistance à la flexion, le module d'élasticité que la dureté. En revanche, elle n'a pas permis de réduire la variabilité des caractéristiques mécaniques du bois. Au contraire, les plages de valeurs de résistance à la flexion et de dureté du bois densifié se sont avérées largement plus étendues que celles d'autres essences de densité équivalente. Cette problématique pourrait donc constituer un point d'intérêt pour de nouvelles études à venir, dans le but de développer des méthodes expérimentales visant à réduire la variabilité des caractéristiques mécaniques du bois densifié. La mise en oeuvre d'un dispositif permettant de réaliser l'intégralité du processus de densification au sein d'une même machine, y compris le prétraitement et le post-traitement, pourrait représenter une solution prometteuse. Cela permettrait d'éliminer les incertitudes liées au transfert des échantillons d'une machine à l'autre et d'exercer un contrôle précis sur les conditions de densification. À cette fin, l'intégration de la presse dans une étuve permettant une régulation précise à la fois de la température mais aussi de l'humidité relative de l'environnement interne s'avérerait indispensable.

En outre, il a été constaté qu'une augmentation de la température de densification a engendré une amélioration moindre de la résistance à flexion et du module d'élasticité, mais a conféré une dureté parallèle aux fibres supérieure et une meilleure stabilité dimensionnelle. Cette dernière peut par ailleurs être renforcée en prolongeant la durée de densification, en l'occurrence la durée de maintien des plateaux de la presse, afin de permettre une relaxation des contraintes internes plus poussée. Néanmoins, cette approche présente l'inconvénient de prolonger la durée de traitement et par conséquent d'accroître la consommation d'énergie nécessaire à la densification. Le choix optimal de la température de densification et de la durée de traitement découle donc d'un compromis entre les caractéristiques mécaniques, la stabilité dimensionnelle ainsi que les coûts et la durée de traitement. La sélection de ces paramètres de densification sera probablement dépendante de l'application envisagée pour le bois densifié. Ce sujet pourrait également faire l'objet d'études plus approfondies.

Enfin, concernant la densification avec mise en forme du bois, il a été observé que la température de densification et surtout le taux d'humidité du prétraitement ont exercé une influence considérable sur la conservation de la géométrie imposée par le moule. Dans la perspective d'une meilleure conservation de la forme, un prétraitement à faible taux d'humidité et une température de densification très élevée sont recommandés. Cependant, il a été démontré que ces paramètres conduisent à une réduction des caractéristiques

téristiques mécaniques du bois. Par conséquent, l'enjeu réside dans la détermination de conditions expérimentales qui assurent des caractéristiques mécaniques optimales tout en garantissant la conservation de la forme imposée par le moule.

En conclusion, la densification thermo-hydrromécanique constitue un procédé complexe qui requiert une compréhension approfondie des mécanismes et des phénomènes sous-jacents pour en garantir la maîtrise. Cette voie offre un potentiel prometteur en vue d'un élargissement du spectre d'application du bois, en particulier chez les essences de faible densité.

Dans l'optique de l'industrialisation du procédé de densification thermo-hydrromécanique, l'automatisation des processus et la normalisation des propriétés mécaniques du bois densifié seront d'une importance capitale. Il sera également nécessaire d'adapter les méthodes de densification actuellement utilisées à des fins de recherche en vue d'une mise en œuvre à grande échelle dans l'industrie.

Par ailleurs, il conviendra de mener des recherches approfondies dans le but d'optimiser la stabilité dimensionnelle des éléments en bois densifié, que ce soit par une intégration directe dans le processus de densification ou par des traitements postérieurs.

Enfin, la sobriété étant un pilier de la transition écologique, l'humanité devra assurément repenser sa manière de produire et de consommer. La densification thermo-hydrromécanique du bois pourrait contribuer à cette démarche en élargissant l'usage de ce matériau durable à d'autres applications. Cependant, il est essentiel que son procédé s'aligne sur le principe de sobriété écologique et que la balance entre les avantages et les coûts énergétiques associés à la densification soit rigoureusement évaluée. De plus, il est évident que la viabilité économique de ce procédé sera impérative pour permettre son développement et son industrialisation à grande échelle.

# Bibliographie

- [1] ACADÉMIE DE MONTPELLIER. *Le bois, rudiments sur sa composition et son utilisation pour la pâte à papier*. URL : <https://tice.ac-montpellier.fr/ABCDORGA/Famille/CHIMIEDUBOIS.html>. Consulté le 13/03/2023.
- [2] Stavros AVRAMIDIS. *Bound water migration in wood*. 2007.
- [3] Minzhen BAO et al. *Effect of thermo-hydro-mechanical densification on micro-structure and properties of poplar wood (Populus tomentosa)*. 2017.
- [4] BLUERINGMEDIA. *Anatomie du tronc d'arbre*. URL : <https://www.istockphoto.com/fr/vectoriel/anatomie-du-tronc-darbre-gm1390443733-447403558>. Consulté le 18/03/2023.
- [5] BUEHLER. *Essais de dureté Vickers*. URL : <https://www.buehler.com/fr/blog/essais-de-durete-vickers/>. Consulté le 26/04/2023.
- [6] H. K. BURR et A. J. STAMM. *Diffusion in wood*. 1962.
- [7] Diego DE CROMBRUGGHE. *Densification viscoplastique du bois pour applications à performances structurales*. 2022.
- [8] Papa Niokhor DIOUF et al. *Effects of thermo-hydro-mechanical densification on the surface characteristics of trembling aspen and hybrid poplar wood veneers*. 2011.
- [9] EMCO-TEST. *Connaissances de la dureté*. URL : <https://www.emcotest.com/fr/lunivers-des-essais-de-durete/connaissances-de-la-durete/>. Consulté le 14/04/2023.
- [10] Mahdi FAKOOR, Sadra SHAHSAVAR et Filippo BERTO. *Mixed-mode fracture assessment of wooden structures with cracks initiated along and across the fibers considering non-singular T-stress term*. 2022.
- [11] Chang-Hua FANG. *Improvement of wood densification process via enhancing steam diffusion, distribution and evaporation*. 2019.
- [12] Qilan FU. *Comportement physique, chimique et mécanique du bois suite à la compression sous l'effet de la chaleur et de l'humidité*. 2019.

- [13] Qilan FU, Alain CLOUTIER et Aziz LAGHDIR. *Effects of heat and steam on the mechanical properties and dimensional stability of thermo-hygro-mechanically-densified sugar maple wood*. 2017.
- [14] Qilan FU, Alain CLOUTIER et Aziz LAGHDIR. *Optimization of the thermo-hygro-mechanical (THM) process for sugar maple wood densification*. 2016.
- [15] Chris P. GABRIELLI et Frederick A. KAMKE. *Phenol-formaldehyde impregnation of densified wood for improved dimensional stability*. 2009.
- [16] Marcel GUEDJ et Michel BEAUVAIS. *La Bible du bois : 100 essences, 15 projets*. 2017.
- [17] HIROX EUROPE. *Microscopes numériques 3D*. URL : <https://hirox-europe.com/fr/products/3d-digital-microscope/>. Consulté le 02/05/2023.
- [18] HOUT INFO BOIS. *Bois - Guide pour le bon usage*. 2012.
- [19] M. INOUE et al. *Fixation of compressive deformation in wood by pre-steaming*. 2008.
- [20] INOVSYS. *Outillage de flexion à 4 points*. URL : <https://inovsys.fr/project/banc-de-flexion-4-points/>. Consulté le 18/04/2023.
- [21] Andreja KUTNAR et Milan ŠERNEK. *Densification of wood*. 2007.
- [22] Kristiina LAINE et al. *Measuring the thickness swelling and set-recovery of densified and thermally modified Scots pine solid wood*. 2013.
- [23] Ling LI et al. *An optimal Thermo-Hydro-Mechanical densification (THM) process for densifying Balsam Fir Wood*. 2013.
- [24] Yu LUAN et al. *Wood mechanical densification : a review on processing*. 2022.
- [25] Niels MORSING. *Densification of Wood - The influence of hygrothermal treatment on compression of beech perpendicular to grain*. 1998.
- [26] Joseph Albert MUKAM FOTSING et Claude Wanko TCHAGANG. *Experimental determination of the diffusion coefficients of wood in isothermal conditions*. 2005.
- [27] John A. NAIRN. *Numerical simulations of transverse compression and densification in wood*. 2005.
- [28] Parviz NAVI et Frédéric HEGER. *Combined densification and Thermo-Hydro-Mechanical processing of wood*. 2015.
- [29] Parviz NAVI et Frédéric HEGER. *Comportement thermo-hydrromécanique du bois - Applications technologiques et dans les structures*. 2005.
- [30] Parviz NAVI et Dick SANDBERG. *Thermo-hydro-mechanical processing of wood*. 2012.
- [31] Misato NORIMOTO, Chiharu OTA et Hiroshi AKITSU. *Permanent fixation of bending deformation in wood by heat treatment*. 1993.

- [32] Jean-Luc NSOUANDELE et al. *Détermination du coefficient de diffusion de l'eau dans les bois tropicaux*. 2010.
- [33] PCE-INSTRUMENTS. *Microscope numérique 3D*. URL : [https://www.pce-instruments.com/french/instruments-de-mesure/mesureur/microscope-kat\\_132015.htm](https://www.pce-instruments.com/french/instruments-de-mesure/mesureur/microscope-kat_132015.htm). Consulté le 02/05/2023.
- [34] Hüseyin PELIT, Mehmet BUDAKÇI et Abdullah SÖNMEZ. *Effects of Heat Post-Treatment on Dimensional Stability and Water Absorption Behaviours of Mechanically Densified Uludağ Fir and Black Poplar Woods*. 2016.
- [35] Vincent PLACET. *Conception et exploitation d'un dispositif expérimental innovant pour la caractérisation du comportement viscoélastique et de la dégradation thermique du bois dans des conditions sévères*. 2006.
- [36] PUUGURU. *Cellule végétale*. URL : <https://www.pinterest.fr/pin/6628032701-35804508/>. Consulté le 19/03/2023.
- [37] Oleksandr SKYBA et al. *Physical and mechanical properties of thermo-hygro-mechanically (THM) densified wood*. 2009.
- [38] Jianwei SONG et al. *Processing bulk natural wood into a high-performance structural material*. 2018.
- [39] UNIVERSALIS. *Bois*. URL : <https://www.universalis.fr/encyclopedie/bois/2-composition-chimique/>. Consulté le 13/03/2023.
- [40] WIKIPÉDIA. *Dureté Vickers*. URL : <https://fr.wikipedia.org/wiki/Dureté%20Vickers>. Consulté le 26/04/2023.
- [41] Michael P. WOLCOTT, Frederick A. KAMKE et David A. DILLARD. *Fundamental Aspects of Wood Deformation Pertaining To Manufacture of Wood-Based Composites*. 1994.
- [42] ZWICKROELL. *Dureté Brinell*. URL : <https://www.zwickroell.com/fr/secteurs-dactivite/metal/normes-metal/essai-brinell-iso-6506/>. Consulté le 29/06/2023.
- [43] ZWICKROELL. *Essai de flexion*. URL : <https://www.zwickroell.com/fr/secteurs-dactivite/test-de-materiau-essai-de-materiau/essai-de-flexion/>. Consulté le 18/04/2023.





**UNIVERSITÉ CATHOLIQUE DE LOUVAIN**  
École polytechnique de Louvain

Rue Archimède, 1 bte L6.11.01, 1348 Louvain-la-Neuve, Belgique | [www.uclouvain.be/epl](http://www.uclouvain.be/epl)