



## AVERTISSEMENT

Ce document est le fruit d'un long travail approuvé par le jury de soutenance et mis à disposition de l'ensemble de la communauté universitaire élargie.

Il est soumis à la propriété intellectuelle de l'auteur. Ceci implique une obligation de citation et de référencement lors de l'utilisation de ce document.

D'autre part, toute contrefaçon, plagiat, reproduction illicite encourt une poursuite pénale.

Contact : [ddoc-memoires-contact@univ-lorraine.fr](mailto:ddoc-memoires-contact@univ-lorraine.fr)

## LIENS

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 122. 4

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 335.2- L 335.10

[http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg\\_droi.php](http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg_droi.php)

<http://www.culture.gouv.fr/culture/infos-pratiques/droits/protection.htm>



Mémoire de stage pour la validation de la deuxième année de Master FAGE 2011-2012

Joël HAMADA

**INFLUENCE DE LA VARIABILITE NATURELLE DU BOIS  
SUR LE PROCEDE DE TRAITEMENT THERMIQUE : effets  
de la masse volumique initiale du bois sur les propriétés conférées  
lors de son traitement thermique**

Du 1<sup>er</sup> février 2012 au 30 juin 2012

Encadré par :

-Anélie PETRISSANS, Maître de conférences

-Philippe GERARDIN, Professeur

Faculté des Sciences et Technologies, Université Henri POINCARÉ, Bd des Aiguillettes BP  
70239, 54506 Vandœuvre-Lès-Nancy Cedex

## **Remerciements**

Pour réaliser ce travail, j'ai reçu l'encadrement, l'assistance et le soutien de plusieurs personnes que je tiens à remercier.

Tout d'abord Mme Anélie PETRISSANS et M. Philippe GERARDIN, qui ont bien accepté de me donner l'opportunité de travailler sur ce sujet. Grâce à leur encadrement j'ai pu réaliser ce travail au sein du laboratoire LERMaB.

Ensuite, je remercie Kevin KANDELIER et M. Stéphane DUMARCAY. Le premier pour son assistance dans l'utilisation du four pilote. Le deuxième pour sa grande disponibilité tout au long du stage ; grâce à lui j'ai pu accéder et utiliser certains matériels du laboratoire pour la plupart difficiles d'accès et complexes.

Je remercie également le personnel du LERMaB qui m'a aidé durant mon séjour dans ces locaux. Je pense particulièrement à l'équipe technique : Nicolas et Lyne. Sans oublier Manu

Mes remerciements vont également à tous les autres stagiaires du LERMaB qui m'ont aidé dans la réalisation de certains protocoles expérimentaux.

En fin je remercie mes proches et mes amis de leur soutien et encouragements tout au long de cette période de stage.

## Table des matières

<b>Introduction .....</b>	<b>1</b>
<b>I. MATERIEL ET METHODES .....</b>	<b>4</b>
I.1 Matériel végétal .....	4
I.1.1 Le bois de chêne .....	5
I.1.1.1 Propriétés d'usage.....	7
I.1.1.2 Composition chimique.....	8
I.2 Matériel technique .....	11
I.2.1 Traitement thermique .....	11
I.2.1.1 Description technologique du procédé .....	12
I.2.1.2 Descriptif du pilote .....	12
I.2.2 Analyse tomographique.....	14
<b>II. PROTOCOLE EXPERIMENTAL, RESULTATS ET DISCUSSION .....</b>	<b>15</b>
II.1 Protocole expérimental .....	15
II.2 Résultats et discussion .....	17
II.2.1 Modifications physiques .....	17
II.2.1.1 Mesure de la masse volumique .....	17
II.2.1.2 Evaluation de la stabilité .....	19
II.2.1.3 Modification de la couleur .....	20
II.2.2 Modifications chimiques .....	21
II.2.2.1 Détermination de taux des constituants du bois.....	21
<b>CONCLUSION.....</b>	<b>23</b>
<b>BIBLIOGRAPHIE .....</b>	<b>24</b>

## **Abréviations**

MOE : *Modulus of elasticity*

MOR : *Modulus of rupture*

CIRAD : Centre de Coopération Internationale en Recherche Agronomique pour le Développement

CTIB : Centre Technique de l'Industrie du Bois

m1 : Masse initiale d'une éprouvette (à l'état anhydre)

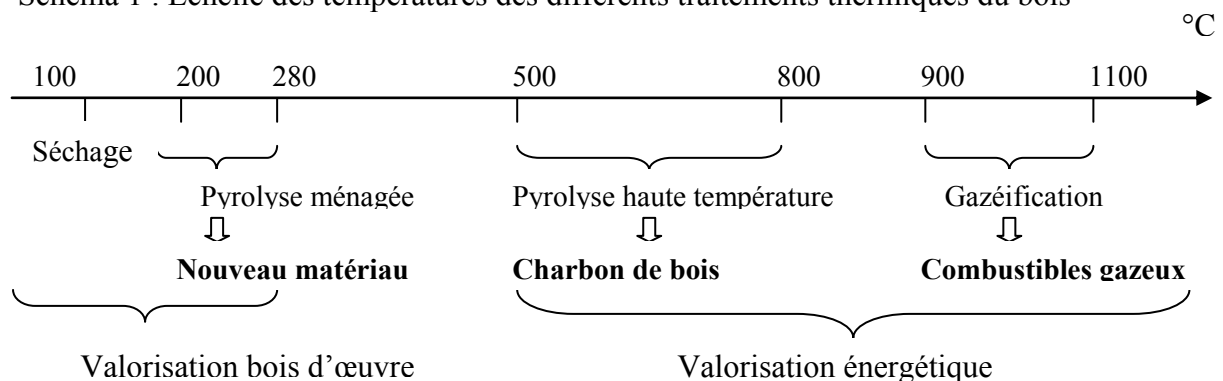
m2 : Masse finale d'une éprouvette (après un traitement)

m3 : Masse anhydre d'une éprouvette après séchage à 103°C suite à un traitement

## Introduction

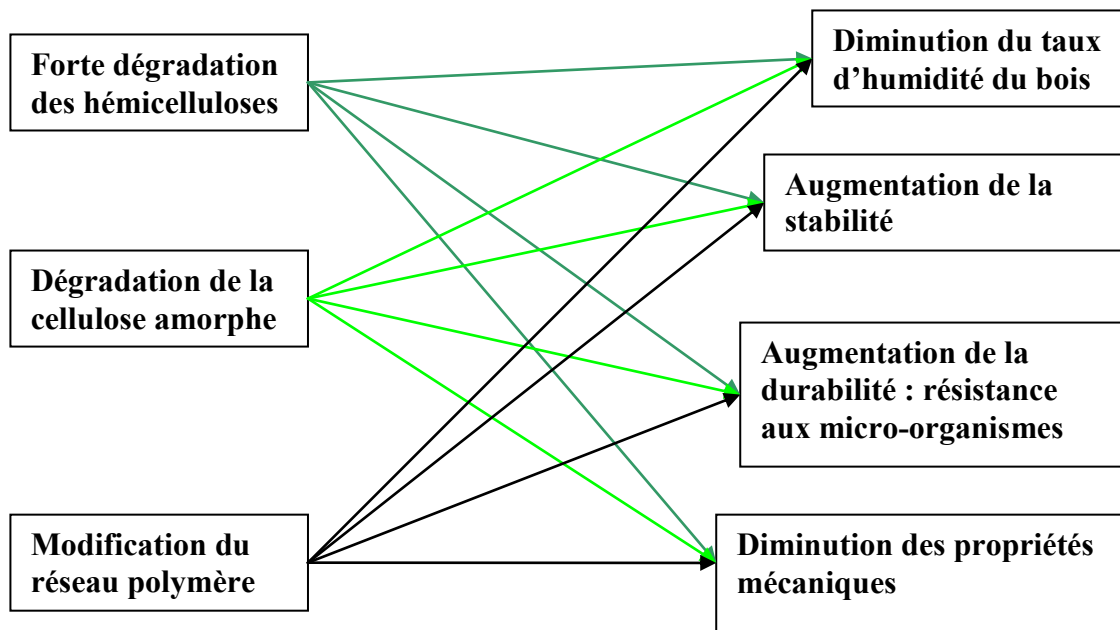
Le traitement thermique du bois est un procédé de préservation qui consiste à pratiquer une pyrolyse ménagée (ou douce) entre 170 et 260°C (schéma 1), sous atmosphère pauvre en oxygène, en immersion dans un bain d'huile végétale chaude, sous vapeur d'eau, sous vide ou en phase aqueuse. Le but étant, quelle que soit la technique appliquée, de provoquer par haute température, une série de réactions chimiques qui finiront par modifier considérablement la structure des principaux constituants du bois : le réseau polymère de la lignine est modifié (Zaman *et al.* 2000, Nguila *et al.* 2006, Nguila *et al.* 2007), le ratio entre cellulose amorphe et cristalline est changé (Fengel et Wegener 1989, Yildiz *et al.* 2006), les hémicelluloses sont fortement dégradées (Gerardin *et al.* 2007, Nuopponen *et al.* 2004) et des produits précurseurs du charbon apparaissent (Nguila *et al.* 2007). Ces modifications chimiques confèrent de nouvelles propriétés au bois : durabilité, stabilité dimensionnelle et couleur. Mais en altèrent aussi d'autres propriétés telles que l'élasticité et la résistance mécanique (schéma 2). Développé pour la première fois dans les années 70 par l'Ecole des Mines de Saint-Etienne, en France, sous l'appellation « Bois rétififié® », ce procédé connaît aujourd'hui de nombreuses applications industrielles notamment en France, Allemagne, Finlande, Pays Bas, Suisse, Roumanie et Canada. La raison en est que ce procédé présente un double intérêt écologique et technique.

Schéma 1 : Echelle des températures des différents traitements thermiques du bois



En effet, le traitement thermique du bois par pyrolyse douce s'inscrit dans les directives européennes de développement de procédés de préservation à faible impact environnemental car il permet d'éviter l'usage des produits chimiques. Il agit en détruisant les substances nutritives présentes dans le bois et susceptibles de servir de nourriture aux agents biologiques et cela, sans ajout d'aucune substance éventuellement nocive pour l'environnement ; contrairement aux procédés traditionnels de préservation basés sur l'imprégnation du bois par des fongicides constitués de goudrons et huiles, de produits organiques et de produits hydrosolubles, dont le lessivage et le recyclage posent d'énormes problèmes environnementaux et de santé publique (Directive 98/8/CE concernant la mise sur le marché des produits biocides). Il ne présente qu'un faible impact sur l'environnement si les rejets gazeux et liquides de cuisson contenant des extraits, naturels certes, mais modifiés, dégradés par l'effet du chauffage plus ou moins long, sont maîtrisés (Sylvie Mouras 2002). Par ailleurs l'élimination des bois traités thermiquement par combustion ne génère pas de produits toxiques, et on peut valoriser son contenu énergétique, qui est supérieur à celui du bois normal (CTIB).

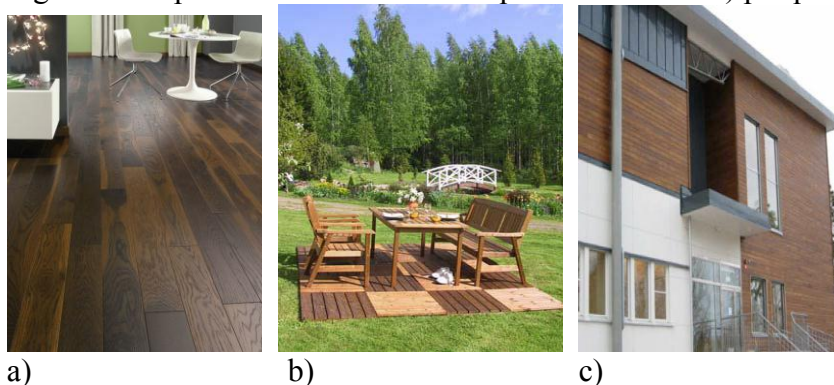
Schéma 2 : Effets des modifications chimiques intervenant au niveau moléculaire et macromoléculaire sur les propriétés macroscopiques du bois



Le traitement thermique offre au bois des propriétés intéressantes : amélioration de la durabilité c'est-à-dire la résistance aux agents biotiques (Kamdem et al. 2002, Mazela *et al.* 2003, Hakkou *et al.* 2006), amélioration de la stabilité dimensionnelle (Mouras et al. 2002, Esteves et al. 2007), changement de couleur (Mitsui et al. 2001, Ayadi *et al.* 2003, Repellin 2006) et augmentation de l'hydrophobicité (Pétrissans *et al.* 2003, Hakkou *et al.* 2005). Une fois ces propriétés acquises, un bois d'une classe d'emploi initialement inférieure peut passer à une classe d'emploi plutôt supérieure. Ainsi, par exemple, un bois naturellement adapté pour un emploi dans des conditions à alternance humide/sec (classe d'emploi 3 où le bois n'est pas en contact direct avec le sol) pourra être utilisé dans un milieu humide en permanence (classe d'emploi 4) après un traitement thermique. Mais le bois traité thermiquement perd de sa rigidité, module d'élasticité ou MOE ou module d'Young et de sa résistance mécanique, module de rupture ou MOR (Santos 2000, Yildiz 2002).

Quant à l'application (figure 1), le créneau le plus important pour le bois traité thermiquement est celui de la menuiserie intérieure (parquet, cloisons, portes, mobiliers) et extérieure (bardage, planchers de terrasse, pourtour de piscine, volets, châssis). Très peu d'applications en structure ont été signalées jusqu'ici.

Figure 1 Emploi du bois traité thermiquement comme a) parquet, b) plancher et c) bardage



Si le traitement thermique du bois ne semble plus un concept nouveau pour la plupart des acteurs du domaine du bois (industrie, recherche et usage), comme en témoigne la multiplicité de différents procédés développés ces dernières années en Europe et en Amérique, la recherche elle, se poursuit encore notamment pour comprendre et maîtriser les phénomènes d'ordre physique et chimique se déroulant lors du traitement thermique du bois.

De récentes études ont montré la relation directe qui existe entre la perte de masse générée par la dégradation thermique et les propriétés conférées (Hakkou *et al.* 2006, Welzbacher *et al.* 2007). Des études postérieures menées au laboratoire LERMaB sur différentes essences de bois ont permis de mettre en évidence l'influence des conditions opératoires telles que la température de cuisson, la durée de traitement et la vitesse de montée en température du four (Chaouch *et al.* 2009, Chaouch *et al.* 2010). Il est donc important, pour développer un contrôle qualité du bois traité thermiquement, de suivre la perte de masse durant le traitement thermique.

Le verrou actuel du procédé de traitement thermique est sans doute la grande difficulté à reproduire, à l'échelle industrielle, un produit de qualité constante en termes de durabilité, stabilité dimensionnelle et couleur : problème d'homogénéité en tout point de la charge traitée et en tout point des pièces qui constituent la charge (figure 2).

Figure 2 : Une charge de pièces de bois à l'entrée d'un four industriel (RETIFICATION®)



Ce travail s'inscrit dans le cadre du projet ThermoQB (Thermo-Qualité-Bois) partagé entre le laboratoire LERFoB situé à l'INRA et le laboratoire LERMaB situé à la Faculté des Sciences et Technologies. La thématique étant : peut-on maîtriser et optimiser la qualité du bois traité thermiquement en aval en contrôlant la qualité de la matière première issue de la ressource forestière en amont ? L'hypothèse à explorer est que l'hétérogénéité initiale de la matière première issue de la ressource forestière participerait à la difficulté de reproduire à l'échelle industrielle un produit de qualité constante et qu'améliorer le contrôle qualité de la matière première pourrait contribuer à améliorer son développement inter et intra essence.

C'est au LERMaB que le travail s'est déroulé. Le Laboratoire d'Etudes et Recherche sur le Matériau Bois a été créé en 1993. Il est pluridisciplinaire et est localisé en partie à la Faculté des Sciences et Technologies à Vandœuvre-Lès-Nancy et en partie à l'Ecole Nationale Supérieure des Technologies et Industries du Bois (ENSTIB) à Epinal. Le LERMaB a pour mission de développer des recherches fondamentales et appliquées en relation avec le bois et les fibres naturelles en considérant le matériau de l'échelle macroscopique jusqu'au niveau moléculaire. Le but étant de développer l'utilisation de la



ressource ligno-cellulosique en tant que matériau, mais aussi en tant que source de matières premières pour des applications dans les domaines de la chimie et de l'énergie au travers du développement d'éco-produits ou procédés s'inscrivant dans une démarche de développement durable. A ce titre le laboratoire joue un rôle privilégié d'interface entre la recherche et les industries de la filière bois au travers de collaborations avec différents centres de transfert technologique.

Les activités de recherche du laboratoire se divisent en trois axes principaux :

- Axe Matériau
  - Physico-chimie des polymères
  - Chimie du bois et procédés de préservation
  - Valorisation chimique de la biomasse
- Axe Energétique et Procédés
  - Energétique du bâtiment
  - Procédés de valorisation énergétique de la biomasse
- Axe Mécanique des structures et Ingénierie
  - Fabrication et production
  - Construction bois

C'est au sein de l'équipe Chimie du bois et procédés de préservation que mes travaux se sont déroulés. La mission est celle d'étudier l'effet de la variabilité naturelle sur certaines propriétés du bois traité thermiquement. Les dégradations survenant lors du traitement thermique dépendent en grande partie de la composition chimique et de la masse volumique, nous nous intéressons à l'effet de la masse volumique initiale du matériau sur les propriétés conférées au bois. Les objectifs poursuivis concernent principalement l'obtention des pertes de masse globales durant le traitement thermique ; l'évaluation de la masse volumique globale et sa répartition dans la pièce avant et après traitement thermique ; l'évaluation de la durabilité et la stabilité dimensionnelle conférée lors du traitement thermique ; l'évaluation de modifications de taux des principaux constituants du bois avant et après traitement thermique, en fin, le comportement thermique du bois traité thermiquement.

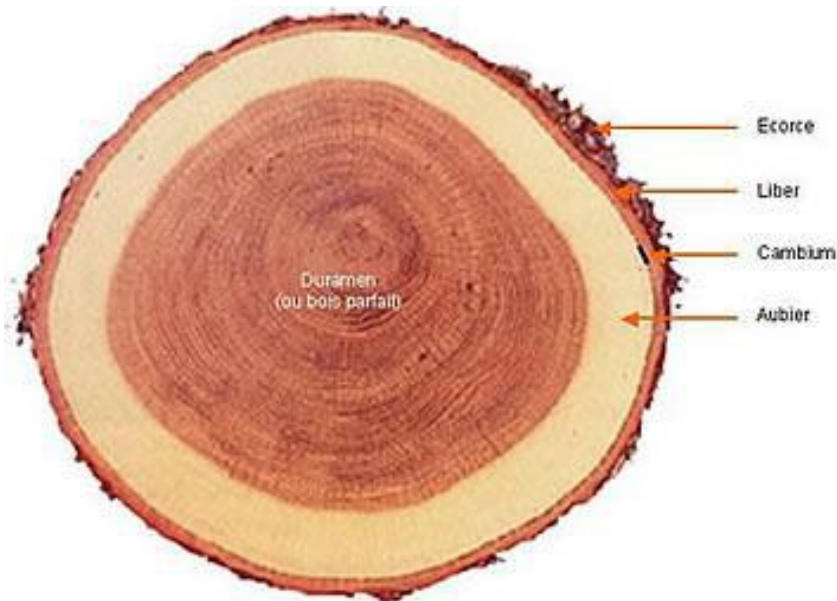
## **I. MATERIEL ET METHODES**

### **I.1. Matériel végétal**

Le matériel végétal étudié est le chêne européen (*Quercus petraea* Liebl, chêne sessile) issu de l'échantillonnage réalisé par le LERFoB dans le cadre du projet ADEME BOIS MATERIAU 1998. Le choix de travailler sur cette espèce se justifie ici par la volonté du LERFoB de poursuivre les travaux initiés sur l'évaluation des variabilités inter et intra arbre (espèce, station, sylviculture, variabilité individuelle intra-peuplement) de la durabilité naturelle des bois de chêne européen. Le but étant de favoriser l'emploi de cette essence en extérieur, et d'examiner l'impact industriel. Parmi les objectifs retenus figure celle de la recherche de corrélations entre la durabilité et d'autres propriétés (couleur, masse volumique). Ceci permettrait de maîtriser la variabilité individuelle (si existante) par des mesures non destructives en forêt.

### I.1.1 Le bois de chêne

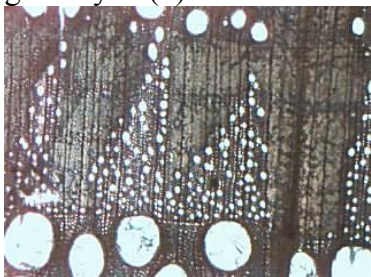
Figure 3 : Coupe transversale d'un tronc de chêne diamètre de 40 à 80 cm, épaisseur aubier de 1 à 4 cm



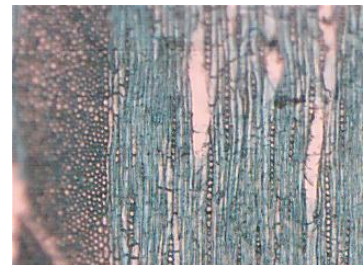
Le chêne est une essence tempérée utilisée depuis toujours pour ses qualités mécaniques, pour son esthétisme, pour les tanins et pour ses qualités de durabilité. C'est une espèce du groupe des feuillus très commune en Europe occidentale et la plus répandue dans les forêts françaises.

Du point de vue anatomique, le chêne sessile (*Quercus petraea*) se distingue par la présence d'une zone initiale poreuse (vaisseaux du bois de printemps plus gros que ceux du bois d'été), la présence de thylles dans les vaisseaux du bois de printemps et l'aspect flammé des vaisseaux dans le bois d'été. Son bois jaune brun clair est dur et dense. Il a plus de valeur lorsqu'il est produit par des chênes de futaie. Il est alors très recherché pour l'ébénisterie et la fabrication des merrains pour la tonnellerie, ainsi que pour le tranchage. Les rayons unisériés sont associés à de très gros rayons.

Figure 4 : Aspect flammé des vaisseaux dans le bois d'été (a) et rayons fins unisériés et un gros rayon (b)



a)



b)

Les chênes à croissance lente ont une densité inférieure à ceux dont la croissance est rapide. La particularité de croissance chez les feuillus étant la largeur constante des vaisseaux du bois de printemps, quelles que soient les conditions de pousse.

Dans le cas d'une croissance lente (cas B) la zone initiale poreuse est aussi importante que pour une croissance rapide, mais la zone du bois d'été sera moins large. Il y a plus de vide, le bois est moins dense et moins nerveux. Ces types de chênes sont prisés des ébénistes et menuisiers car plus faciles à travailler.

Dans le cas d'une croissance rapide (cas A), la zone correspondant au bois produit en été (constitué de petits vaisseaux) sera donc plus importante. Le bois possède moins de vide, il est plus nerveux car plus dense mais meilleur mécaniquement. Ces types de chênes sont parfaits pour un emploi en construction.

Figure 5 : Conditions de croissance différentes du chêne

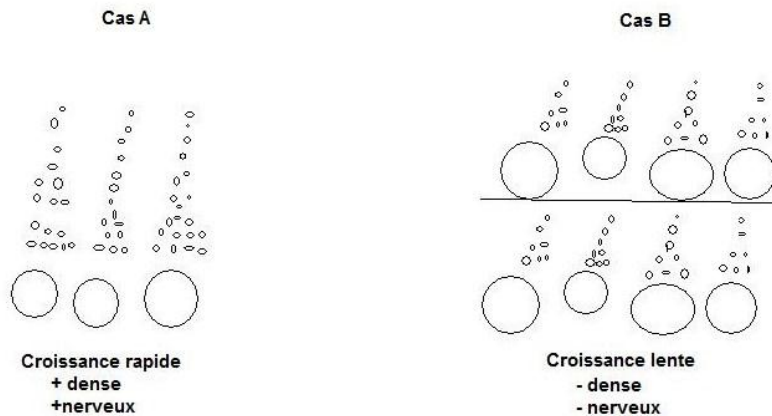
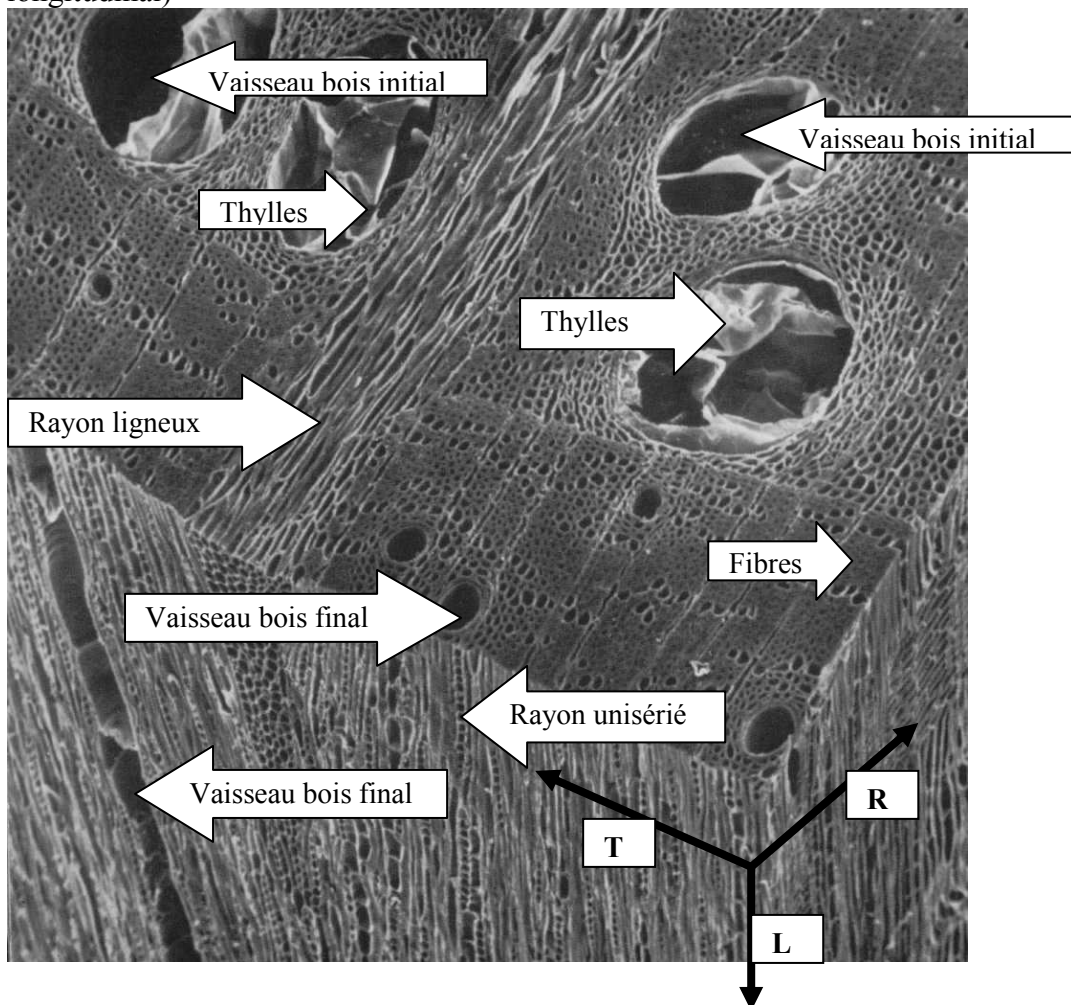


Figure 6 : Exemple d'un plan ligneux du chêne (T : plan tangentiel ; R : plan radial ; L : plan longitudinal)



### I.1.1.1 Propriétés d'usage

#### *Masse volumique (kilogramme par mètre cube)*

Elle désigne la quantité de matière contenue dans une unité de volume. Elle varie en fonction de l'humidité du bois car l'humidité peut modifier autant la matière (donc la masse) que le volume. Les facteurs qui influencent la masse volumique sont :

- La localisation du bois dans l'arbre
- La localisation de l'arbre dans le peuplement
- Les conditions du site
- La génétique

#### *Densité (sans unité)*

Elle désigne la masse volume du bois par rapport à la masse volumique de l'eau. Elle est calculée à partir de la masse anhydre du bois. Par conséquent, seule l'humidité au cours de prises de mesure du volume peut affecter la valeur de la densité. Le chêne est un bois mi-lourd et sa densité se situe autour de 0,7 à 0,8 c'est-à-dire 700 kg/m<sup>3</sup> sur 1000 kg/m<sup>3</sup> ou 800 kg/m<sup>3</sup> sur 1000 kg/m<sup>3</sup>, à 12% d'humidité (CTBA, juin 2007).

#### *Elasticité*

Elle désigne la qualité du bois à être déformable tout en reprenant sa forme d'origine lorsque la force qu'on lui appliquait disparaît. Le bois de chêne offre une grande élasticité en flexion longitudinale statique dont la valeur se situe autour de 12500 MPa (CTBA, juin 2007). 1MPa = 10kg/cm<sup>2</sup> = 1N/mm<sup>2</sup>.

#### *Résistance mécanique*

Les caractéristiques mécaniques du chêne dépendent en grande partie de sa densité. Il est résistant en compression axiale (58 MPa) et en flexion statique (97 MPa) (CTBA, juin 2007).

#### *Stabilité dimensionnelle*

C'est la capacité à maintenir ses dimensions face aux variations de température. Ce paramètre est sans doute l'atout majeur du procédé de traitement thermique du bois car la tendance naturelle qu'a le bois à absorber l'humidité de l'air est drastiquement réduite. A noter que cet avantage disparaît en contact du sol ou de l'eau car le bois traité se comporte alors comme une éponge (CTIB). Le bois de chêne est sensible au séchage, et doit être séché prudemment et lentement car le risque de déformation et de gerces est élevé. De même qu'il existe le risque de collapse. Son coefficient de retrait volumique est plutôt moyen et se situe autour de 0,4 à 0,5 %, avec un retrait tangentiel total fort (9 à 10%) et un retrait radial total moyen (4 à 5%) (CIRAD 2012)

#### *Couleur*

C'est un bois brun clair tirant sur le jaune paille, fonçant à la lumière ; à aubier distinct du duramen ou bois parfait (ou à aubier différencié) ; grain moyen, fil droit et contre fil absent. La maillure est large et bien visible.

#### *Durabilité naturelle*

Elle représente la résistance intrinsèque du bois aux intempéries et aux attaques d'organismes destructeurs tels que les champignons et les insectes. Elle ne concerne que le duramen ; l'aubier étant considéré comme non durable vis-à-vis des agents de dégradation

biologique du bois. Cela dit, le chêne est considéré comme durable vis-à-vis des champignons et se place en classe 2. Sa classe d'emploi supérieure est la classe 3 (hors contact du sol, à l'extérieur), et il ne peut couvrir la classe d'emploi 5 (CIRAD 2012).

Cette durabilité est liée à la présence des tanins solubles dans l'eau, et diminue avec le lessivage de ces tanins en cas d'exposition sévère.

### I.1.1.2 Composition chimique

Le bois de chêne est constitué de macromolécules et d'extractibles. Les macromolécules ( $\approx 98\%$ ) sont celles faisant partie de la structure des différentes couches des parois cellulaires ; elles sont constituées de la cellulose, des hémicelluloses et de la lignine. Ce sont des molécules de fort poids moléculaires. Les constituants non structuraux, de fraction mineure ( $\approx 2\%$ ) sont constitués de substances de bas poids moléculaires appelées extractibles (organiques), cendres (minérales) et sont présents à l'extérieur des parois cellulaires. Le tableau 1 présente la composition chimique généralement relevée chez le chêne sessile.

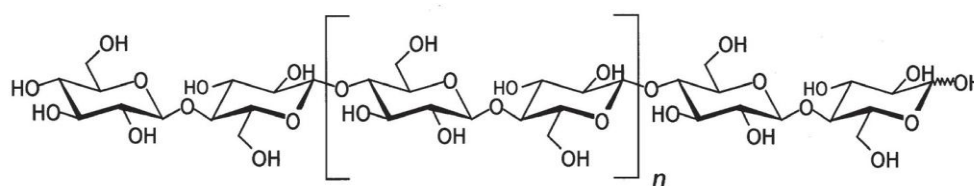
Tableau 1 : Composition chimique moyenne du bois de chêne sessile généralement rencontré, en pourcentage de la masse sèche (%)

Constituant	Taux	Fonction
Cellulose	22-50	Structure
Hémicelluloses	17-30	Matrice
Lignine	17-30	Matrice
Extractibles	2-10	Protection-couleur
Cendres	<1	-

#### La cellulose

Elle est le constituant principal des parois cellulaires du chêne et la substance organique la plus abondante. Bien que la structure chimique de la cellulose soit connue, sa structure tertiaire qui inclut la structure cristalline et amorphe n'est pas totalement connue. C'est un homopolysaccharide composé d'unités  $\beta$ -D-glucopyranose liées entre elles par des liaisons glycosidiques  $\beta$ -(1,4). L'association de deux unités glucopyranose correspond au motif cellobiose et le degré moyen de polymérisation de la cellulose (le nombre de motifs glucopyranose constituant une chaîne de cellulose) est de l'ordre de 10000 unités de glucose (glucopyranose).

Figure 7 : Représentation de la cellulose

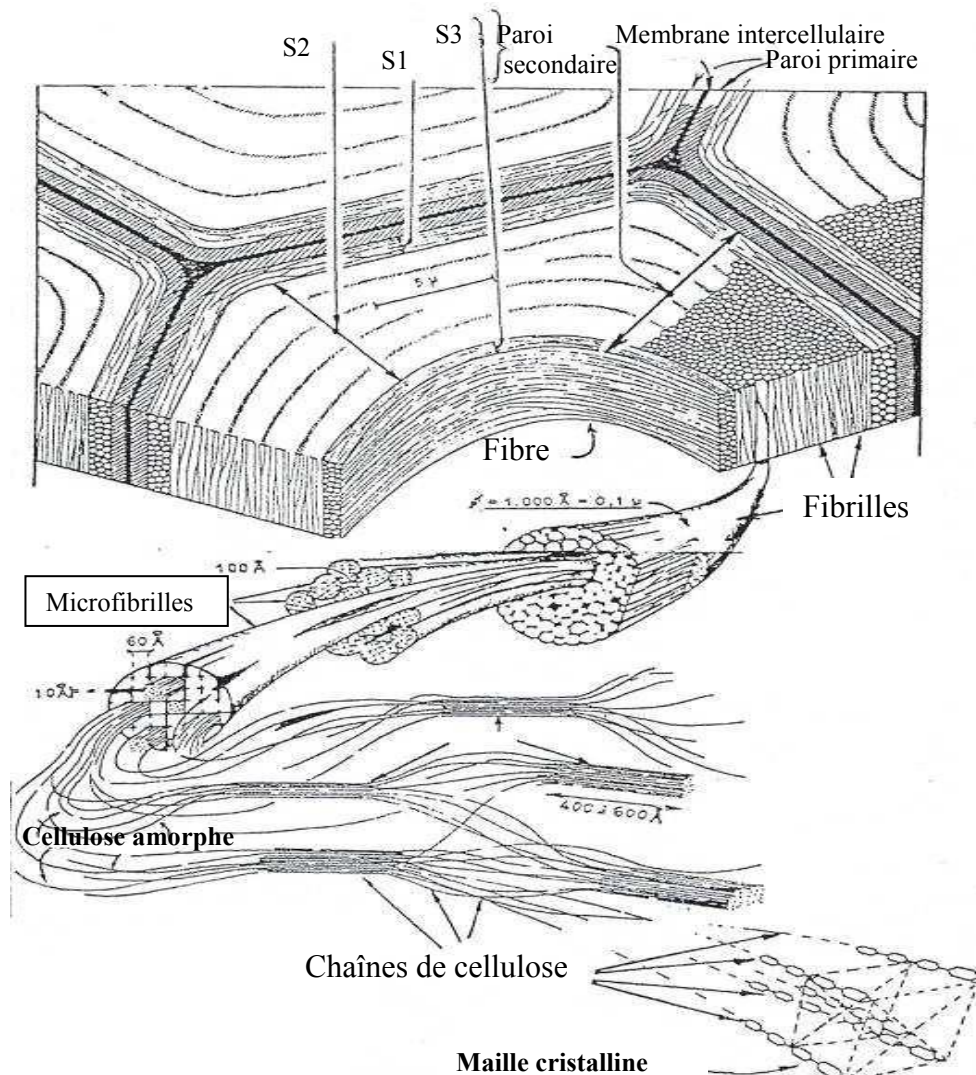


$n$  = repeat cellobiose unit

Les molécules de cellulose peuvent s'assembler entre elles pour former des microfibrilles dont certaines régions sont bien ordonnées (zones cristallines  $\approx 30\%$ ) et d'autres moins (zones amorphes  $\approx 15\%$ ) (figure7). Ces caractéristiques sont ce qui rend la cellulose insoluble dans les solvants organiques classiques et dans l'eau. Sa réactivité chimique aussi dépend fortement de sa structure supramoléculaire et son taux de cristallinité.

La thermodégradation de la cellulose conduit à la cristallinisation de la cellulose du fait de la disparition des zones amorphes qui se dégradent avec la température. Ce qui a pour conséquence l'inaccessibilité accrue de l'eau aux groupements hydroxyles.

Figure 8 : Structure amorphe et cristalline de la cellulose.



### Les hémicelluloses

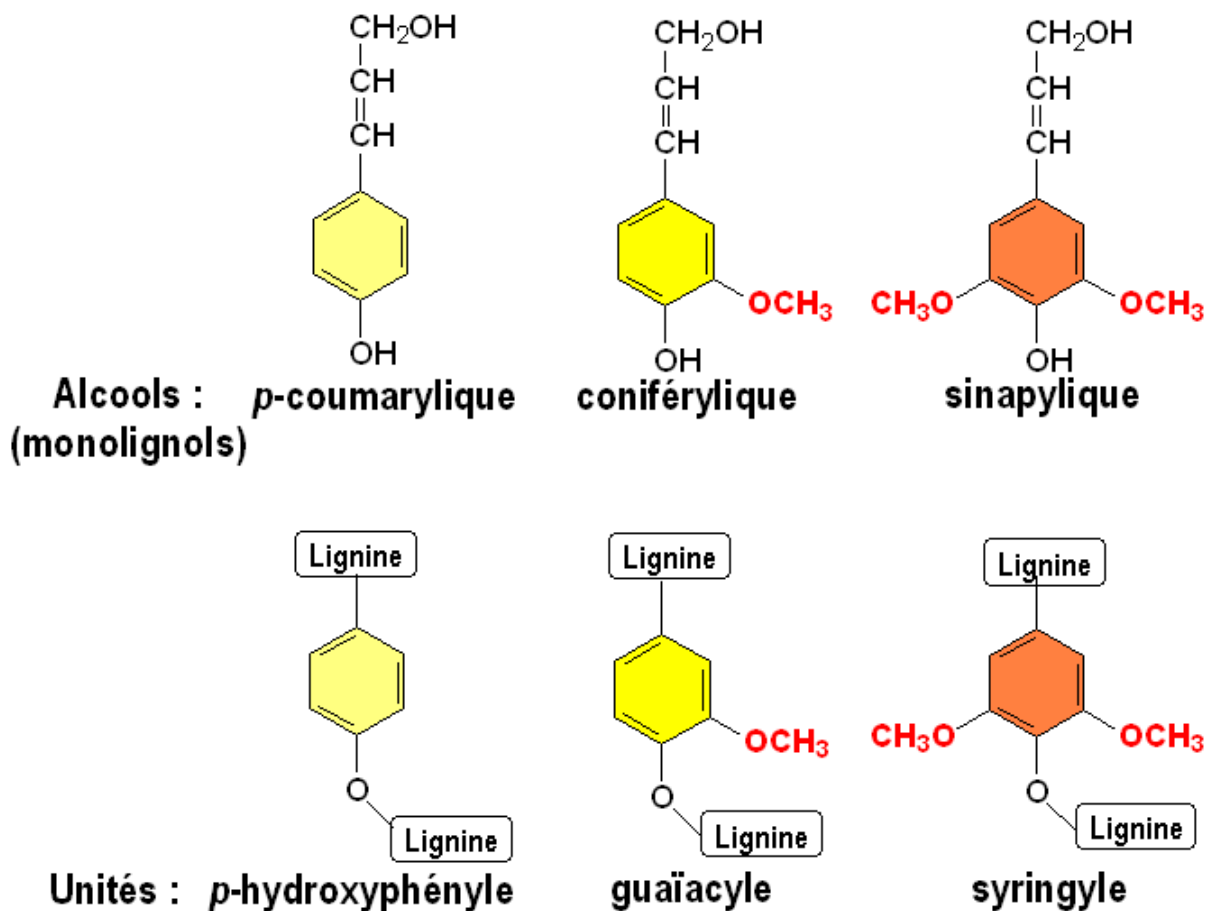
Ce sont des polyoses, dont les unités sont formées des pentoses, des hexoses, des acides hexauroniques et des désoxyoses. Elles diffèrent de la cellulose par la taille des chaînes moléculaires plus courtes qui les constituent et la présence des ramifications sur la chaîne principale. La teneur et la composition en polyoses chez le chêne déterminent le type d'hémicelluloses, principalement formées de xylanes. Ce qui va avoir un rôle déterminant dans le comportement thermique du bois lors du traitement thermique. Les hémicelluloses sont les constituants les moins stables du bois thermiquement. Elles sont plus réactives et très

sensibles aux réactions de dégradation et de déshydratation entre 200 et 260°C (Kotilainen R., 2000). Elles sont la première source de produits volatiles (extractibles) lors du traitement thermique du fait de la dégradation de leurs polysaccharides. Ce qui donne lieu aux produits de dégradation tels que : l'acide acétique, les formaldéhydes, le furfural et d'autres aldéhydes. L'étude de la pyrolyse des hémicelluloses est généralement réalisée à partir du xylane comme standard (Sefaim, El Kalyoubi).

### La lignine

C'est un polymère polyphénolique, dont les unités primaires sont les alcools phénoliques *p*-coumarylique, coniférylique et cinapylique, ayant pour précurseurs les unités *p*-Hydroxyphényl, Guaiacyl et Syringyl. Le type d'association des unités phénoliques diffère d'une essence à l'autre. Ainsi chez les angiospermes dicotylédones dont fait partie les feuillus et dont le chêne, les lignines sont formées d'unités GS + des traces de H.

Figure 9 : Unités primaires de la lignine



Du type de liaison que formeront ces unités donnant lieu à des polymères très ramifiés, dépendra le type de lignine et de dégradation (plus les liaisons sont riches en G et H, plus elles sont condensées et plus résistantes ; plus elles sont riches en S moins elles sont condensées et seront peu résistantes). L'association lignines-cellulose-polysaccharides non cellulosiques donne lieu à une matrice appelée lignocellulose. La pyrolyse de la lignine est encore relativement peu explorée. Elle serait le constituant du bois qui se décomposerait dès les basses températures (110-200°C) pour après ralentir. A cette température, seules les réactions de condensation se produiraient et non pas une dégradation réelle (Avat, F., 1993) Les

résultats des réactions de condensation de la lignine ont permis de mettre en évidence sa participation dans le processus de dégradation thermique du bois. Le traitement thermique entraîne les réactions de thermoréticulation de la lignine avec comme conséquence l'augmentation du contenu en lignine du bois du fait de la réaction de polycondensation de la lignine avec plusieurs autres composés de la paroi cellulaire.

### Les extractibles

Ce sont des substances non structurales du bois, de faible poids moléculaire, solubles dans les solvants organiques ou dans l'eau. Ils sont constitués de milliers de composés appartenant à des familles chimiques très diverses, qui peuvent être lipophiles (plus dans les résineux que chez le chêne) ou hydrophiles :

-les cires (esters d'acides gras et d'alcools gras) et les graisses (esters de glycérol et d'acides gras)

-les terpènes (apolaires, constitués d'hydrogène et carbone, forte présence des triterpènes (C30) chez les feuillus comme le chêne)

-les composés phénoliques (simples comme les acides aromatiques résultant de la décomposition incomplète de la lignine, les lignanes dérivant de la polymérisation incomplète de la lignine, les flavonoïdes et les tanins).

Le traitement thermique fait d'abord augmenter les extractibles du fait de la dégradation des polysaccharides des hémicelluloses, puis ils diminuent et disparaissent. Donc il y a formation de nouveaux produits dus aux composants structurels de la paroi cellulaire, puis les plus volatiles des extractibles disparaissent.

## **I.2. Matériel technique**

### **I.2.1 Traitement thermique**

Il existe plusieurs procédés de traitement thermique, qui diffèrent les uns des autres par la variabilité des facteurs suivants :

- La température maximale atteinte au cœur du bois et de la période durant laquelle le bois est soumis à cette température
- Le gradient de température c'est-à-dire la différence de température entre la surface de la pièce de bois et le cœur
- La durée totale du traitement
- La quantité d'oxygène présente dans l'enceinte de traitement
- le procédé de séchage avant le traitement thermique
- le taux de remplissage du four de cuisson
- la pression
- la présence ou non des catalyseurs

Auxquels s'ajoutent les paramètres liés à la nature initiale du bois, que sont :

- l'essence de l'arbre qui peut conditionner la réactivité du matériau (modifications chimiques des macromolécules) (CHAOUCH *et al.*, 2010)
- le taux d'humidité initiale du bois qui peut influencer la vitesse de décomposition ;
- la géométrie et la taille des pièces qui impliquent des phénomènes de transfert de chaleur différents (surtout dans le cas d'épaisseur de pièce supérieure à 1 cm) (CHAOUCH *et al.*, 2010).

Parmi les procédés actuels se trouvent : le procédé finlandais (ThermoWood®, VTT), le procédé français (Retification®, New Option Wood SA), le procédé québécois (Perdure®, PCI Industries inc.), le procédé hollandais (PLATO®, Plato International BV), le procédé



allemand (OHT : Oil Heat Treatment), le procédé suisse (Intempories® & Prodeo), le procédé autrichien (Thermoholz Austria, THA), le procédé danois (Iwotech), le procédé roumain et bien d'autres procédés récemment développés.

Il existe dans le laboratoire LERMaB un four pilote mis en place par CHAOUCH Munir, et qui permet d'effectuer un traitement thermique dans les conditions de cuisson qui soient proches de celles industrielles. C'est dans ce four que nous avons réalisé le traitement thermique sur les pièces de chêne objet de cette étude.

### I.2.1.1 Description technologique du procédé

Le dispositif technologique mis en place par CHAOUCH est un pilote du type macro-thermobalance qui permet de :

- traiter thermiquement par conduction, sous azote, des échantillons de bois de grandes dimensions, ex. 200x300x30 mm
- enregistrer la perte de masse durant la phase de séchage et de traitement (précision : 0,2 g)
- enregistrer les températures à cœur et en surface de la planche (précision : 0,1°C)
- programmer des montées en température très variables de 0,1 à 5°C mm.

### I.2.1.2 Descriptif du pilote

C'est un pilote composé de deux plaques métalliques chauffées électriquement (cordon chauffant), disposées au-dessous et au-dessus d'une planche de bois échantillon. La répartition du cordon chauffant sur les deux plaques permet d'assurer une homogénéité thermique de surface inférieure à 0,5°C. L'ensemble composé des deux plaques et de la planche est disposé dans un caisson isolé thermiquement (laine de roche, feillard d'aluminium) et balayé par de l'azote. Les plaques et la planche sont reliées directement au plateau d'une balance à l'aide de 4 tiges métalliques. La balance se situant à l'extérieur du caisson isolé. L'acquisition de la température se fait à l'aide de thermocouples qui sont disposés à la surface comme au cœur des planches à une profondeur de 50 mm.

Schéma 4 : Dispositif expérimental

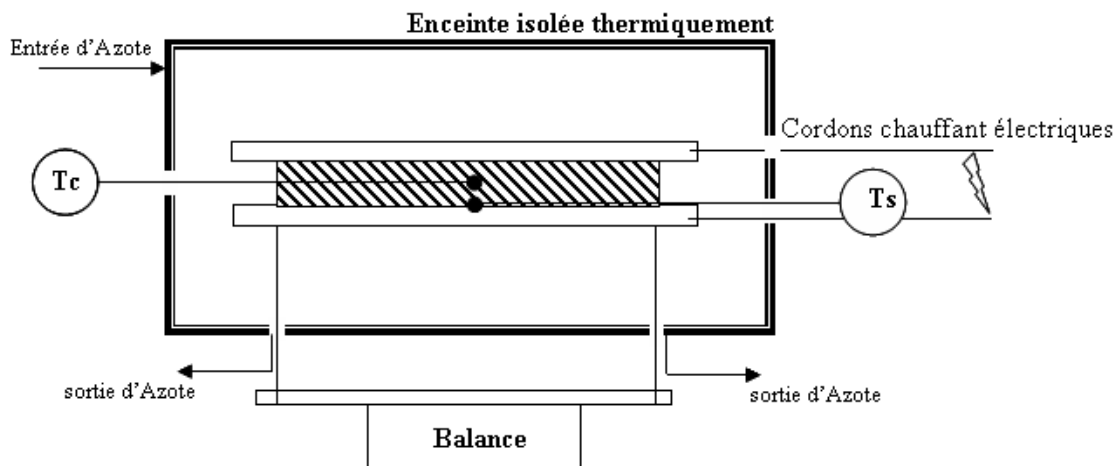


Figure 10 : Four pilote

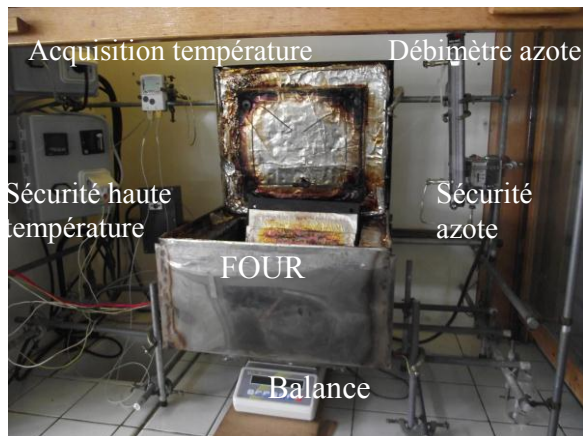


Figure 11 : Détail de l'ensemble plaques-planche

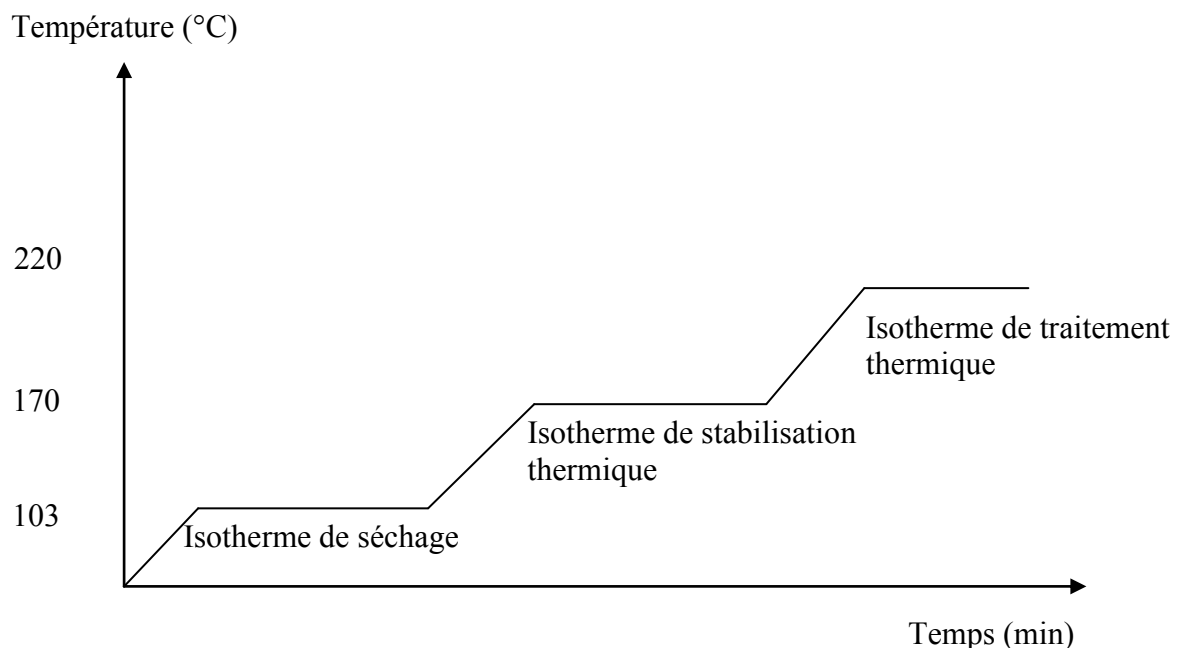


Le traitement thermique se déroule en trois phases se terminant chacune par un plateau isothermique (schéma 5) :

- Une première au cours de laquelle la température des deux plaques est emmenée progressivement à 103°C. Une attente d'environ 180 minutes est nécessaire pour la stabilisation de la masse de l'échantillon : **c'est le plateau d'isotherme de séchage.**
- Une deuxième au cours de laquelle la température passe progressivement à 170°C suivie d'une attente de 180 minutes pour homogénéiser la température dans tout l'échantillon : **c'est le plateau d'isotherme de stabilisation thermique.**
- Une troisième au cours de laquelle la température est portée à 230°C pour permettre aux réactions de thermodégradation de se réaliser : **c'est le plateau d'isotherme de traitement thermique.**
- Une dernière phase de refroidissement

Les montées en température sont faites de façon constante tout le long du traitement (1°C/mn)

Schéma 5 : Evolution de la température de consigne durant le traitement thermique

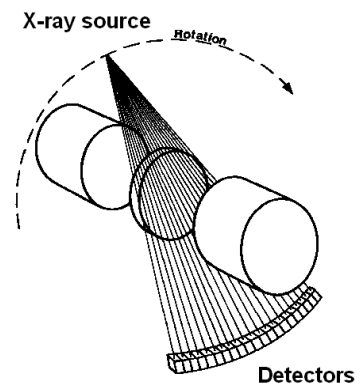


## I.2.2 Analyse tomographique : le scanner

La tomographie, qui signifie représentation en coupes, est une technique d'imagerie qui consiste à reconstruire le volume d'un objet à partir d'une série de mesures effectuées par tranches depuis l'extérieur de cet objet. Ces mesures peuvent être effectuées à la surface même de l'objet ou à distance. Le résultat est une reconstruction de certaines propriétés de l'intérieur de l'objet, selon les informations que fournissent les types de capteurs utilisés (capture d'une particule, pression acoustique, **atténuation d'un faisceau lumineux**, différence de vitesse ou de polarisation d'ondes sismiques...)

Parmi les principales techniques existantes on a la tomographie axiale calculée aux rayons X (scanner ou CT pour *Computed tomography*) dont dispose le laboratoire LERFoB. Appelée aussi tomodensitométrie, elle est une technique d'imagerie médicale qui consiste à mesurer l'absorption des rayons X par les tissus puis, par traitement informatique, à numériser et enfin reconstruire des images 2D ou 3D des structures anatomiques. L'acquisition des données s'effectue en soumettant l'objet au balayage d'un faisceau de rayons X. Cette technique s'appuie sur la propriété qu'a la matière d'atténuer les rayonnements X en fonction de sa composition atomique. C'est le cas du bois. Le principe consiste à émettre un faisceau X d'intensité  $I_0$  sur le bois. Celui-ci, par diverses interactions, n'en transmet qu'une partie  $I$ . L'atténuation est alors définie par le rapport  $I/I_0$ .

Figure 12: Le scanner du LERFoB (General Electric BrightSpeed Excel4 2007)



- Scanner médical RX dédié au bois
- Obtention d'une série d'images 2D
- Images en 512\*512 pixels
- Résolution en x-y : 0,2 à 1 mm par pixel
- Résolution en z : 0,62 à 10 mm
- Visualisations 3D à partir des coupes
- Etude de la structure interne du bois (densité, humidité, nœuds, croissance...)
- Méthode non destructive pour billons
- Outil utilisable pour d'autres matériaux (ex. sol, coquilles de moule)
- Location pour les personnels INRA et extérieur

### Caractéristiques techniques

- Générateur de rayons X : 80 à 140 kV jusqu'à environ 440 mA
- Ensemble de 16 détecteurs linéaires de 1,25 mm de largeur
- 4 canaux simultanés = 4 coupes par rotation
- Vitesse de rotation de 0,5 à 10 sec

- Vitesse d'avancement : quelques m/min
- Modes axial et latéral : Utilisation en mode axial et utilisation en mode hélical

## II. PROTOCOLE EXPERIMENTAL, RESULTATS ET DISCUSSION

### II.1 Protocole expérimental

Pour réaliser ce travail, un protocole expérimental a été établi. Il comprend les étapes et opérations suivantes :

- Choix du bois à étudier
- Sciage et obtention des pièces de bois à traiter thermiquement et la partie jumelle non destinée au traitement thermique
- Séchage à 103°C jusqu'à masse anhydre des pièces à traiter
- Analyse tomographique des pièces de bois à traiter
- Traitement thermique à 220°C des pièces de bois à traiter
- Analyse tomographique des pièces de bois traitées

L'objectif étant d'identifier l'effet (s'il en existe) inter et intra arbre de la masse volumique du bois de chêne sur les propriétés conférées lors du traitement thermique.

#### Echantillonnage inter et intra arbre

Il est constitué de 4 chênes rouvre (sessile) représentatifs de 3 régions de France (tableau 2). Les arbres ont été abattus en 1998 et ont été choisis pour la grande variabilité de leur masse volumique en direction radiale. Après tronçonnage, des découpes radiculaires (rayons) ont été effectuées sur des billons, et les rayons ont été stockés depuis 2000 puis transférés dans une cabane de l'INRA en 2003. Ils ont été retirés le 10 avril 2012 pour notre échantillonnage. Donc cela fait 14 ans que le bois existe sous forme de rayons.

Tableau 2 : Informations initiales des échantillons de chêne à analyser

Légende: C: Cœur (proche de la moelle)

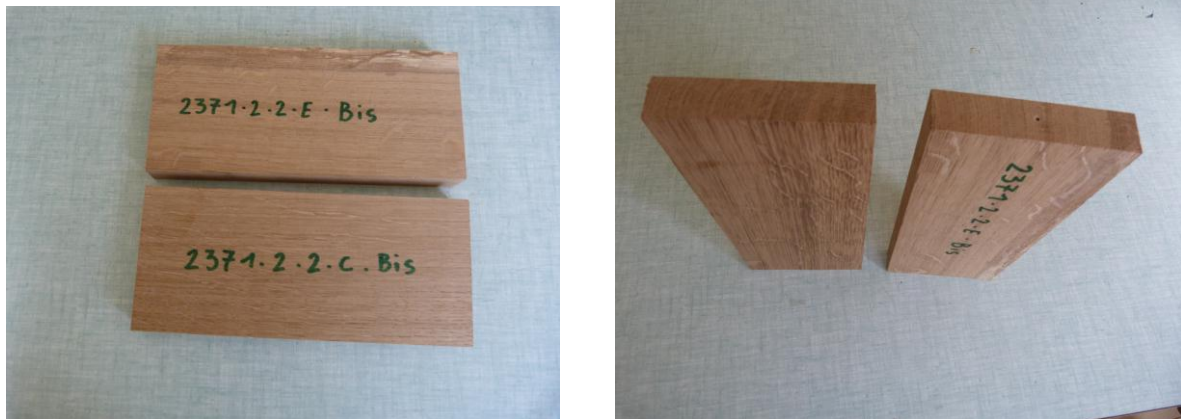
E: Externe/Ecorce (proche de l'aubier)

N° de l'arbre	Billon	Rayon (quartier)	Type de bois	Région	Structure	Fertilité moyenne	Hauteur base du houppier (m)	Age (année)	Largeur moyenne de cerne à 1m30(mm)	%linéique des rayons ligneux	Masse vol (kg/m3)	Eugénol(µg /l)
2388	2	6	C	Alsace	Futaie	enne	20,3	143	1,84	5,31	750	26,3
2388	2	2	E	Alsace	Futaie	enne	20,3	143	1,84	5,31	750	26,3
2492	4	2	C	Orne	Taillis	Bonne	9,1	102	2,98	6,71	697	89,0
2492	2	2	E	Orne	Taillis	Bonne	9,1	102	2,98	6,71	697	89,0
2385	1	3	C	Alsace	Taillis	enne	16	181	1,81	9,19	694	76,3
2487	2	2	C	Alsace	Taillis	Bonne	10,8	149	2,25	7,62	663	42,8
2385	2	6	E	Alsace	Taillis	enne	16	181	1,81	9,19	694	76,3
2487	2	6	E	Alsace	Taillis	Bonne	10,8	149	2,25	7,62	663	42,8

### Echantillonnage des pièces à analyser

A partir des rayons disponibles, des pièces de 250x110x25 mm ont été prélevées. Ces dimensions sont celles qui se rapprochent des conditions industrielles (épaisseur, largeur) et correspondent au prototype mis en place par CHAOUCH concernant le pilote de type macro-thermobalance présent dans le laboratoire LERMaB

Figure 13 : Pièces de bois de chêne avant le traitement thermique



### Test de la biodégradation du bois traité et non traité

Le test se base sur la méthode décrite dans la norme NF EN 113 : *Produits de préservation du bois – Méthode d'essai pour déterminer l'efficacité protectrice vis-à-vis des champignons basidiomycètes lignivores - Détermination du seuil d'efficacité*

Le protocole est le suivant :

- Usinage du bois (témoin et traité) et obtention des éprouvettes (30x20x5mm) à dégrader par le champignon de pourriture blanche (*Coriolus versicolor*)
- Séchage des éprouvettes à 103 °C jusqu'à masse anhydre (m1)
- Préparation du milieu de culture et ensemencement au champignon de pourriture blanche
- Introduction des éprouvettes dans des boîtes de Pétri contenant le milieu de culture et le mycélium

A cette date, les éprouvettes se trouvent encore en dégradation dans les boîtes de Petri, le délai de séjour préconisé par la norme NF EN 113 étant de 16 semaines. Toutefois, il est prévu de procéder comme suit :

- Après 16 semaines, sortie des éprouvettes des boîtes de Petri suivie du nettoyage du mycélium adhérent et pesée (m2), puis séchage à 103°C jusqu'à masse anhydre (m3) et détermination de la perte de masse due à la biodégradation.

### Analyse chimique

- ❖ Broyage du bois traité et non traité et obtention de la sciure
- ❖ Détermination de taux d'extractibles
- ❖ Détermination de taux de lignine de Klason
- ❖ Détermination de taux de cellulose
- ❖ Détermination de taux des hémicelluloses

### Evaluation de la stabilité dimensionnelle

- Usinage du bois (témoin et traité) et obtention des éprouvettes (30x20x5mm)

- Séchage à 103°C des éprouvettes jusqu'à masse anhydre (m1)
- Introduction des éprouvettes dans l'enceinte conditionnée à 34°C, 82% d'humidité relative de l'air (RH)
- Après 28.jours, pesage des éprouvettes (m2) et détermination du taux d'humidité d'équilibre : Le taux d'humidité d'équilibre est obtenu par le rapport de la différence entre la masse finale (m2) et la masse anhydre (m1) sur la masse finale en pourcentage de cette masse finale.

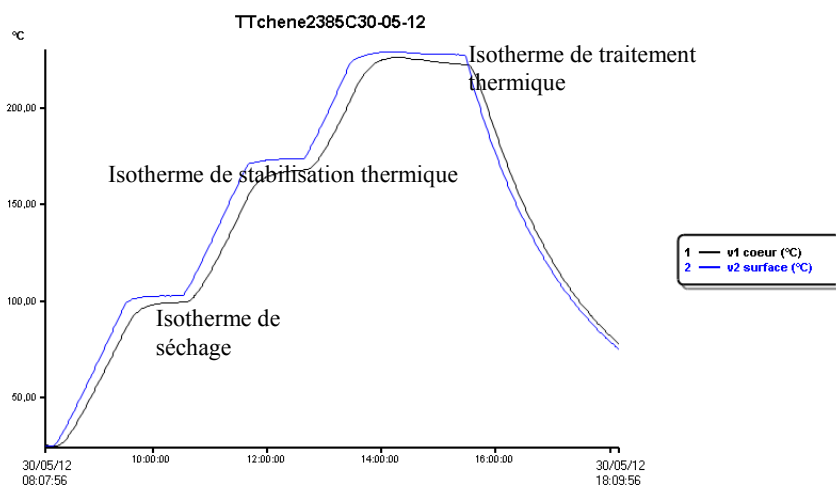
## II.2 Résultats et discussion

### II.2.1 Modifications physiques

#### II.2.1.1 Mesure de la masse volumique

Les analyses tomographiques nous permettent donc d'obtenir les valeurs de masse volumique avant et après traitement thermique des pièces. Les résultats se présentent d'abord sous forme d'image JPEG en coupes successives accolées et qui reconstituent la pièce de bois en 3D avec des nuances de gris se traduisant par des valeurs de la masse volumique. Un traitement d'image est ensuite réalisé par Frédéric MOTHE (voir annexe 2) : la pièce est découpée en 20 éléments égaux dans la direction de la longueur, 10 sur la largeur et 5 sur l'épaisseur (numérotés respectivement de 0 à 19, 9 et 4). On obtient ainsi 1000 portions de volumes identiques sur lesquelles la moyenne de densité est calculée à partir du nombre de pixels et de la valeur de chacun de ces pixels. Des cartes de variations de masse volumique et perte de masse ont été également tracées dans le plan moyen (la moitié de la direction considérée) des 3 directions (plan 1=direction de la longueur, plan 2=direction de l'épaisseur, plan 3=direction de la largeur). Ainsi, pour chaque pièce de bois nous avons 21 cartes, à raison de 7 cartes par plan, présentant la masse volumique avant et après traitement thermique ainsi que leurs écarts types, la perte de masse volumique et la perte de masse (voir annexe 2).

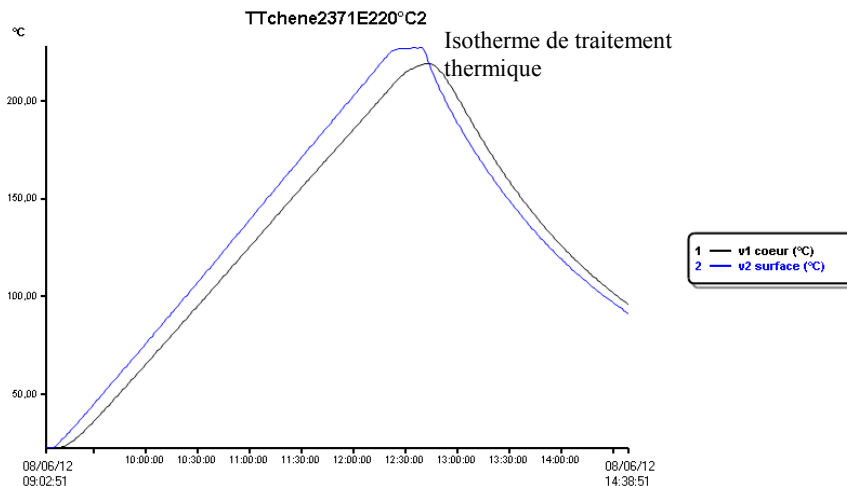
Figure 14 : Evolution de la température à la surface et au cœur du **bois naturel** durant le traitement thermique



Nous avons voulu analyser le comportement thermique (conductivité thermique) du bois déjà traité thermiquement. Pour cela nous avons réalisé un double traitement sur une

même pièce de bois. Le procédé consiste à traiter une première fois la pièce jusqu'à refroidissement puis relancer un cycle de traitement dans les mêmes conditions (température de traitement à 220°C, montée en température de 1°C/mn), sans programmer de palier, et ce pendant 3 heures. La courbe de l'évolution thermique en surface et au cœur de la pièce ainsi traitée est représentée dans la figure 15. On remarque l'absence de la phase de séchage et d'équilibre thermique, et la présence d'une toute petite zone d'isotherme de traitement par rapport à la courbe issue du traitement du bois naturel.

Figure 15 : Evolution de la température à la surface et au cœur du **bois traité** durant le traitement thermique

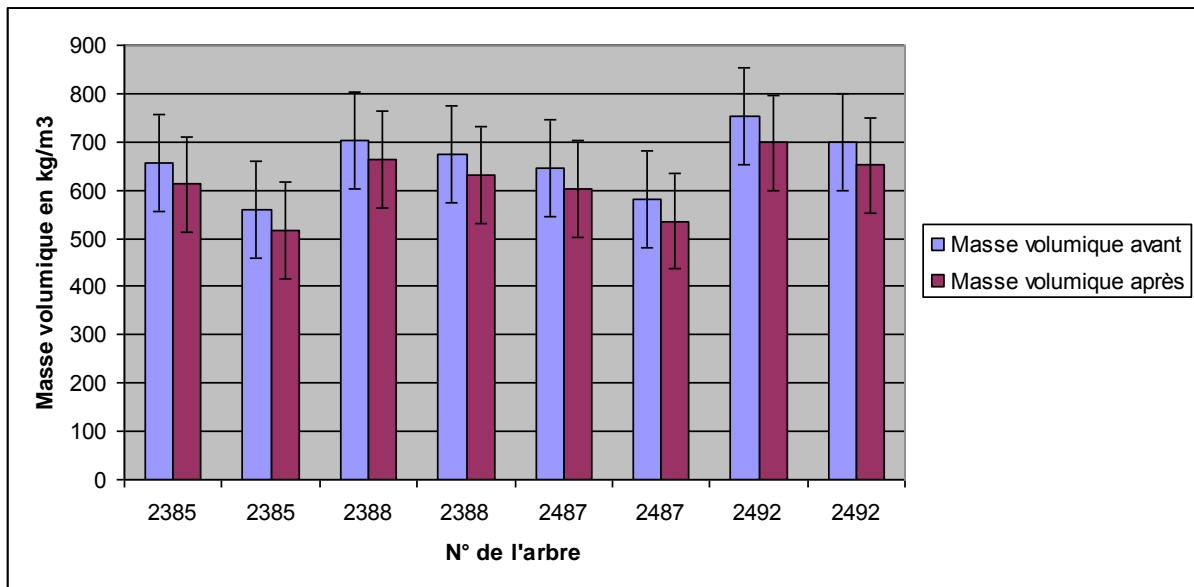


Les valeurs des écart-types renseignent sur la concentration des masses volumiques autour de la moyenne à l'intérieur de chaque pièce de bois. Par conséquent, les moyennes de masses volumiques que nous avons ici sont bien celles représentatives des différentes pièces. Les résultats d'analyse de masses volumiques ci-dessous montrent qu'il y a baisse de masse volumique après le traitement thermique, et, globalement, les pièces de cœur sont plus denses que celles proches de l'aubier. Parallèlement la perte de masse est plus marquée au cœur de la pièce qu'à l'extérieur, et ce quel que soit l'arbre considéré. Quant à la perte de masse volumique, elle est plus marquée dans les pièces proches de l'aubier que dans celles situées au cœur du bois.

Tableau3 : Valeurs de masse volumique mesurée au scanner à rayons X (Av=avant, Ap=après, ect=écart-type

N° Arbre	Bill on	Ray on	Type de bois	Masse vol. Av. kg/m³	Masse vol. Ap. kg/m³	ect masse vol. av. kg/m³	ect masse vol. ap. kg/m³	perte_masse vol %	perte_masse %
2385	1	3	C	655,97	611,38	67,7	64,15	6,81	12,53
2385	2	6	E	558,2	515,85	57,1	54,04	7,6	11,83
2388	2	6	C	703,41	662,93	64,64	62,05	5,77	12,24
2388	2	2	E	673,85	630,6	83,63	79,73	6,45	11,27
2487	2	2	C	645,5	602,19	93,07	88,32	6,71	11,72
2487	2	6	E	581,5	535,75	89,62	84,5	7,88	11,57
2492	4	2	C	<b>751,83</b>	697,63	97,34	92,58	7,22	<b>13,28</b>
2492	2	2	E	698,64	650,86	89,6	86,91	6,85	12,29

Graphique 1 : Représentation des masses volumiques moyennes des arbres avant et après traitement



### II.2.1.2 Evaluation de la stabilité dimensionnelle

De façon globale, le bois non traité reprend plus d'humidité que le bois traité. Ce qui confirme que le traitement thermique améliore la stabilité dimensionnelle du bois. Cependant il nous est difficile d'établir si la masse volumique initiale a un effet direct sur l'hygroscopicité du bois, que ce soit à l'intérieur d'un arbre qu'entre les arbres.

Tableau 4 : Comportement hygroscopique des éprouvettes de bois de chêne avant (témoin) et après traitement (T=Traité, N=Naturel=témoin)

N° de l'arbre	Billon	Rayon	Type de bois	Masse vol.	Perte de masse vol	Masse anhydre initiale (g)	Masse humide finale (g)	Tx d'humidité d'équilibre (%)
2385	1	3	CT	611,4	6,81	1,93	2,07	6,76
2385	1	3	CT	611,3	6,81	2,33	2,51	7,17
2385	2	6	ET	515,8	7,6	2,1	2,255	6,87
2385	2	6	ET	515,8	7,6	1,77	1,9	6,84
2388	2	6	CT	662,9	5,77	2,66	2,881	7,67
2388	2	6	CT	662,9	5,77	3,1	3,36	7,74
2388	2	2	ET	630,6	6,45	2,71	2,919	7,16
2388	2	2	ET	630,6	6,45	2,56	2,764	7,38
2487	2	2	CT	602,1	6,71	2,38	2,59	8,11
2487	2	2	CT	602,1	6,71	2,5	2,71	7,75
2487	2	6	ET	535,7	7,88	1,96	2,121	7,59
2487	2	6	ET	535,7	7,88	2,16	2,254	4,17
2492	4	2	CT	697,6	7,22	2,7	2,923	7,63



				3					
				697,6					
2492	4	2	CT	3	7,22	2,38	2,571	7,43	
				650,8					
2492	2	2	ET	6	6,85	3,17	3,445	7,98	
				650,8					
2492	2	2	ET	6	6,85	2,08	2,33	10,73	
				655,9					
2385	1	3	CN	7	6,81	1,98	2,25	12,00	
				655,9					
2385	1	3	CN	7	6,81	1,97	2,24	12,05	
2385	2	6	EN	558,2	7,6	2,32	2,637	12,02	
2385	2	6	EN	558,2	7,6	2,02	2,292	11,87	
				703,4					
2388	2	6	CN	1	5,77	2,52	2,85	11,58	
				703,4					
2388	2	6	CN	1	5,77	2,47	2,794	11,60	
				673,8					
2388	2	2	EN	5	6,45	2,56	2,729	6,19	
				673,8					
2388	2	2	EN	5	6,45	2,38	2,7	11,85	
2487	2	2	CN	645,5	6,71	2,41	2,895	16,75	
2487	2	2	CN	645,5	6,71	2,24		#DIV/0!	
2487	2	6	EN	581,5	7,88	2,08	2,358	11,79	
2487	2	6	EN	581,5	7,88	2,08	2,35	11,49	
				751,8					
2492	4	2	CN	3	7,22	2,16	2,462	12,27	
				751,8					
2487	4	2	CN	3	7,22	2,26	2,565	11,89	
				698,6					
2492	2	2	EN	4	6,85	2,47	2,802	11,85	
				698,6					
2487	2	2	EN	4	6,85	2,1	2,3	8,70	

### II.2.1.3 Modification de la couleur

Après 7h23mn de traitement à 220°C inclus la phase de séchage à 103°C, le bois devient sombre (figure 14). En absence d'une mesure par colorimétrie il est difficile d'établir la relation entre la masse volumique initiale et la couleur des pièces traitées. Néanmoins une observation à l'œil humain nous permet de distinguer la couleur des pièces après traitement et de noter que bien qu'ayant été traitées dans les mêmes conditions, toutes les pièces de chêne n'ont pas la même couleur entre elles et à l'intérieur de chaque pièce. La perte de masse augmentant avec la durée et la température de traitement, la couleur aussi devrait suivre cette tendance (V. Repellin, 2006). Ce qui expliquerait la différence de couleur entre les pièces traitées à de différentes températures. Quant à la masse volumique, le tableau 3 nous montre que de façon globale, la perte de masse est plus marquée au cœur du bois qu'à l'extérieur (proche de l'aubier). Ce qui expliquerait la différence de couleur entre les pièces de cœur et celles proches de l'aubier.

Figure 16 : a) différence de couleur entre deux pièces de chêne : non traitée (à gauche) et traitée à 220°C (à droite) ; b) différence de couleur entre des pièces traitées à 220°C ; c) pièces traitées à 210°C, plus claires



## II.2.2 Modifications chimiques

### II.2.2.1 Détermination de taux des constituants du bois

Les taux d'extraits ont augmenté globalement après le traitement à 220° C. Mais les valeurs ne nous montrent pas de lien de causalité avec la masse volumique ni à l'intérieur d'un arbre, ni entre les arbres. Toutefois, ces valeurs restent bien dans l'intervalle de celles communément rencontrées dans la littérature concernant le bois de chêne naturel.

Tableau 5 : Taux d'extraits (Av = avant, Ap = après traitement thermique, Tx=Taux)

N° Arbre	Billon	Rayon	Type de bois	Mass e vol Av kg/m	Mass e vol Ap kg/m	Perte de masse vol %	Tx d'extraits Av %	Tx d'extraits Ap %
2385	1	3	C	656,1	611,4	6,80	12,47	5,43
2385	2	6	E	558,2	515,9	7,59	8	10,46
2388	2	6	C	703,4	662,9	5,75	4,26	15,92
2388	2	2	E	673,9	630,6	6,42	6,33	7,14
2487	2	2	C	645,5	602,2	6,71	6,34	8,43
2487	2	6	E	581,5	535,8	7,87	4,91	9,65
2492	4	2	C	751,8	697,6	7,21	7,27	10,52
2492	2	2	E	698,6	650,9	6,84	6,53	10,69

Quant à la cellulose et les hémicelluloses, nous n'avons pu analyser que le bois non traité (témoin), dont les résultats sont présentés dans le tableau 6. En effet, le taux d'hémicelluloses se détermine par la différence entre taux d'holocelluloses (cellulose + hémicelluloses) et de cellulose. Dans le cas du bois traité, les résultats des extractions d'holocelluloses seuls ne permettent pas de déterminer les taux de cellulose et d'hémicelluloses. Les taux d'holocelluloses du bois traité sont néanmoins présentés dans le tableau 7

Tableau 6 : Taux de cellulose et d'hémicelluloses avant traitement thermique, Tx=Taux

N° Arbre	Billon	Rayon	Type de bois	Masse vol Av kg/m <sup>3</sup>	Perte de masse vol %	Tx d'hémicelluloses Av. %	Tx cellulose Av. %
2385	1	3	C	655,97	6,80	23	53
2385	2	6	E	558,2	7,59	15	40
2388	2	6	C	703,41	5,75	17	47
2388	2	2	E	673,85	6,42	18	48
2487	2	2	C	645,5	6,71	7	44
2487	2	6	E	581,5	7,87	23	45
2492	4	2	C	751,83	7,21	7	43
2492	2	2	E	698,64	6,84	28	44

Tableau 7 : Taux d'holocellulose du bois traité, Tx=Taux

N° Arbre	Billon	Rayon	Type de bois	Masse vol Ap kg/m <sup>3</sup>	Perte de masse vol %	Tx d'holocelluloses Ap. %
2385	1	3	C	611,38	6,80	48
2385	2	6	E	515,85	7,59	46
2388	2	6	C	662,93	5,75	94
2388	2	2	E	630,6	6,42	62
2487	2	2	C	602,19	6,71	60
2487	2	6	E	535,75	7,87	58
2492	4	2	C	697,63	7,21	66
2492	2	2	E	650,86	6,84	92

Le taux de lignine augmente de plus de la moitié après traitement thermique, et cette augmentation est plus marquée dans la partie du bois proche de l'aubier où la masse volumique est faible. On note également une relative forte présence de lignine dans la partie proche de l'aubier avant traitement. La lignification du bois s'effectuant du cœur de l'arbre vers l'extérieur, et le traitement thermique conduisant à des réactions de thermoréticulation de la ligne entraînant la polycondensation avec d'autres constituants de la paroi cellulaire, on peut penser qu'il s'agit de la lignine en phase de formation bénéficiant ainsi de la forte température.

Tableau 8 : Taux de lignine de Klason (Av = avant, Ap = après traitement thermique, Tx=Taux)

N° Arbre	Billon	Rayon	Type de bois	Masse vol Av kg/m <sup>3</sup>	Masse vol Ap kg/m <sup>3</sup>	Perte de masse vol %	Tx lignine de Klason Av. %	Tx de lignine de Klason Ap. %
2385	1	3	C	655,97	611,38	6,80	14	44
2385	2	6	E	558,2	515,85	7,59	20	45,14
2388	2	6	C	703,41	662,93	5,75	17	41,14
2388	2	2	E	673,85	630,6	6,42	18	50,29
2487	2	2	C	645,5	602,19	6,71	18	56,57
2487	2	6	E	581,5	535,75	7,87	28	62,86
2492	4	2	C	751,83	697,63	7,21	21	56
2492	2	2	E	698,64	650,86	6,84	21	61,71

## CONCLUSION

Le traitement thermique offre de nouvelles solutions d'amélioration de la stabilité dimensionnelle et d'esthétique du bois. Sa maîtrise passe par une meilleure compréhension du comportement des pièces de bois lors du traitement. En nous intéressant à l'effet de la masse volumique du bois de chêne sur le procédé de traitement thermique, nous avons voulu démontrer que les phénomènes physiques et chimiques se déroulant lors de la cuisson du bois pouvaient être aussi liés à sa masse volumique du départ. Cette étude nous a permis de mettre en évidence la difficulté qu'il y a à obtenir les informations nécessaires sur le matériau qu'est le bois, pour prévoir et maîtriser sa modification thermique en fonction de la masse volumique. Si le travail d'analyse tomographique aux rayons X a permis de caractériser la masse volumique initiale et finale des pièces, l'interprétation qu'il faut en faire reste encore du domaine des experts. Une analyse du comportement thermique du bois traité thermiquement à partir des données obtenues serait aussi intéressante dans le futur. Quant aux analyses chimiques et biologiques, elles n'ont pas donné tous leurs résultats, le test de la biodégradation étant encore en cours au moment de la rédaction de ce rapport, et l'extraction de la cellulose du bois traité devant encore se faire. Nous concluons que, loin d'être un travail définitif, ce rapport n'est qu'une partie du travail entamé par l'INRA et qui se poursuit au LERMaB sur la recherche et l'identification des effets de la masse volumique, afin de maîtriser la variabilité naturelle et individuelle par le contrôle non destructif en forêt et prédire la qualité du bois traité thermiquement à l'échelle industrielle.

## BIBLIOGRAPHIE

M. Pétrissans, Ph. Gérardin, A. Zoulalian, et al. Investigations of the reasons for fungal durability of heat-treated beech wood; *Polymer Degradation and Stability*; 2006; 91; PP. 393-397.

L. Bègrès, G Nepveu, A. Franc, et al.; Effects of ecological factors on radial growth and wood density components of sessile oak (*Quercus petraea* Liebl.) in Northern France; *Forest Ecology and Management*; 2008; 255; PP.567-579.

M. Chaouch; *Développement de marqueurs pour prédire la durabilité aux attaques fongiques du bois traité thermiquement*; Thèse; Sciences et ingénierie des ressources procédés produits et environnement ; Nancy ; Université Henri Poincaré ; 2011 ; p....

S. Yildiz, D. Gezer, U. Yildiz, et al.; Mechanical and chemical behaviour of spruce wood modified by heat; *Building Environment*; 2006; 41; PP.1762-1766.

H. Hakan Akyildiz, Saim Ates and H. Özdemir; Technological and chemical properties of heat-treated Anatolian black pine wood; *African journal of Biotechnology*; 2009; vol. 8; PP.2566-2572.

M. Chaouch, M. Pétrissans, A. Pétrissans, Ph. Gérardin; Use of wood elemental composition to predict heat treatment intensity and decay resistance of different softwood and hardwood species; *Polymer Degradation and Stability*; 2010; 95; PP.2255-2259.

M. Hakkou, M. Pétrissans, A. Zoulalian, Ph. Gérardin; Investigation of wood wettability changes during heat treatment on the basis of chemical analysis; *Polymer Degradation and Stability*; 2005; 89; PP.1-5.

F. Mburu, S. Dumarçay, J. F. Bocquet, M. Pétrissans, Ph. Gérardin; Effects of chemical modifications caused by heat treatment on mechanical properties of *Grevillea robusta* wood; *Polymer Degradation and Stability*; 2008; 93; PP.401-405.

N. Ayadi, F. Lejeune, et al.; Color stability of heat-treated wood during artificial weathering. *Holz als Roh- und Werkstoff*; 2003; 61; PP.221-226.

K. W. Ragland, D. J. Aerts; Properties of wood for combustion analysis; *Bioresource Technology*; 1991; 37; PP.161-168.

D. P. Kamdem, A. Pizzi, A. Jermannaud; Durability of heat-treated wood; *Holz als Roh- und Werkstoff*; 2002; 60; PP. 1-6.

V. Repellin; R. Guyonnet; *Evaluation of heat treated beech by non destructive testing*; First European Conference on Wood Modification; 3-4 avril 2003; Gand: Belgium.

P. Ahola, S. Jämsä, H. Viitanen, et al.; Mould and blues stain on heat treated wood ;

S. Mouras, Ph. Girard, P. Rousset, et al. ; Propriétés physiques de bois peu durables soumis à un traitement de pyrolyse ménagée ; *Annals of forest science* ; 2002 ; 59 ; 317-326.

F. Mothe, D. Sciama, J.M. Leban, et al. ; Localisation de la transition bois initial – bois final dans un cerne de chêne par analyse microdensitométrique ; *Annals of forest science* ; 1998 ; 55 ; PP. 437-449.

B. Mihai, V. Cornelia; Thermal degradation of lignin – a review; *Cellulose chemistry and technology*; 2010; 44; PP. 353-363.

K. Candelier, M. Chaouch, S. Dumarçay, et al. Utilization of thermodesorption coupled to GC-MS to study stability of different wood species to thermodegradation; *Journal of analytical and applied pyrolysis*; 2011; 92; PP. 376-383.

R. Keller; Des caractéristiques nouvelles pour l'étude des propriétés mécaniques des bois: les composantes de la densité; *Annals of forest science*; 1968; 25; PP. 237-249.

R. Younsi, S Kadem, A. Lachemet, et al.; 3D-transient modelling of heat mass transfer during heat treatment of wood; *International communications in heat and mass transfer*; 2011; 38; PP. 717-722.

F. Longuetaud, F. Mothe; Ch. Freyburger, et al.; Measuring wood density by means of X-ray computer tomography; *Annals of forest science*; 2009; 66; PP. 804-812.

E. Grieco, G.Baldi; Analysis and modelling of wood pyrolysis; *Chemical Engineering Science*; 2011; 66; PP. 650-660.

B. Ouatrassi; *Etude numérique de la dynamique des transferts couplés au sein d'un milieu poreux* ; Thèse ; Génie des procédés ; Nancy ; Université Henri Poincaré ; 2009 ; PP. 106-133.