



## 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-theses-contact@univ-lorraine.fr](mailto:ddoc-theses-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>



ENSTIB



UMR INRA 1093

Ecole Doctorale

Ressources Procédés Produits Environnement (RP2E)

## Thèse

présentée pour l'obtention du titre de

Docteur de l'Université Henri Poincaré, Nancy-I

en Sciences du Bois

par **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

Soutenue publiquement le 4 octobre 2006

### Membres du Jury

#### Rapporteurs :

M. Daniel GUITARD	Professeur, LEPT, Bordeaux
M. Lennart SALMÉN	Professeur associé, STFI, Suède

#### Examineurs :

M. Gérard GARY	Directeur de recherche, LMS, Ecole Polytechnique Palaiseau
M. André MERLIN	Professeur, U.H.P. Nancy I (Président du jury)
Mme Joëlle PASSARD	Maître de Conférence, U.H.P. Nancy I (Co-directeur de thèse)
M. Patrick PERRÉ	Professeur, ENGREF, Nancy (Directeur de thèse)



*À mes Parents*

*À Franck et Christophe*

*À Clémence*



## AVANT-PROPOS ET REMERCIEMENTS

Ce travail de thèse a été réalisé au Laboratoire d'Etudes et de Recherches sur le Matériau Bois (LERMAB), sur le site de l'ENGREF à Nancy grâce à une allocation de recherche du Ministère de l'Éducation Nationale de la Recherche et des Technologies.

Je tiens en premier lieu à remercier très sincèrement Patrick Perré qui a assuré la direction de ce travail de thèse pendant ces trois années. Je lui suis extrêmement reconnaissant de m'avoir permis de travailler sur un sujet passionnant, de m'avoir fait partager son affection pour la recherche, pour la confiance qu'il m'a attribuée dans la réalisation de ce projet, pour la qualité de son encadrement, ses conseils avisés et ses idées florissantes, pour son écoute et sa compréhension.

Je remercie également chaleureusement Joëlle Passard, co-encadrante de ce travail. Son écoute, sa grande disponibilité, l'efficacité et la qualité de son encadrement m'ont permis de mener à bien l'ensemble des travaux de recherche, de communication et de rédaction liés à cette thèse. Je remercie aussi vivement Joëlle pour sa sensibilisation et sa préparation à « l'après thèse ».

Je tiens à exprimer ma reconnaissance à André Merlin, président du jury de soutenance, aux rapporteurs de thèse, Lennart Salmén et Daniel Guitard, ainsi qu'aux examinateurs pour le temps qu'ils ont consacré à l'examen de ce travail et pour l'ensemble des remarques, questionnements et discussions qui ont permis d'éclairer et d'ouvrir les travaux sur de nouvelles perspectives.

Au quotidien, ce travail a bénéficié du soutien, des conseils et du savoir de l'ensemble des membres de l'équipe ; je tiens à remercier à ce titre : François Thiercelin, Mr Keller, Mme Huber, Eric, Philippe, Carole, Isabelle, Michel, Jean-Claude, Evelyne...

Je remercie également vivement l'ensemble des étudiants que j'ai côtoyé durant ces trois années, pour leur soutien, leur aide et tout simplement pour la bonne humeur qu'ils m'ont apportée au quotidien. Merci à Riad, Mickaël, Clément, Romain, Ricardo, Mohammed, Hassan, Saloua, Naoual, Aristide, Bakari, Tuan, Naoufel...

Enfin, je souhaite exprimer ma gratitude à tous les proches qui m'ont soutenu durant cette thèse : mes amis, mes frères, mes parents et ma compagne Clémence.



# SOMMAIRE

<b>INTRODUCTION GENERALE .....</b>	<b>5</b>
<b>CHAPITRE I : DONNÉES BIBLIOGRAPHIQUES .....</b>	<b>11</b>
<b>INTRODUCTION.....</b>	<b>13</b>
<b>1 CARACTÉRISTIQUES GÉNÉRALES DES MATÉRIAUX POLYMÈRES .....</b>	<b>15</b>
1.1 PRINCIPES DE STRUCTURE.....	15
1.2 TRANSITION VITREUSE.....	16
1.3 LES MOYENS D'INVESTIGATION .....	17
1.3.1 Mesures dilatométriques .....	18
1.3.2 Analyse thermique (ATD, DSC) .....	18
1.3.3 Spectroscopie IR (Infrarouge) et RMN (Résonance Magnétique Nucléaire).....	20
1.3.4 Analyse diélectrique (DETA).....	20
1.3.5 Expériences mécaniques .....	21
<b>2 RHÉOLOGIE DES POLYMÈRES .....</b>	<b>28</b>
2.1 LOIS DE COMPORTEMENT.....	28
2.2 MODÈLES RHÉOLOGIQUES .....	32
2.2.1 Modèle de Kelvin.....	33
2.2.2 Modèle de Maxwell .....	33
2.2.3 Modèles généralisés .....	34
2.2.4 Modèle parabolique .....	35
2.3 INFLUENCE DE LA TEMPÉRATURE, ACTIVATION THERMIQUE.....	35
2.4 CARACTÉRISATION DES PROPRIÉTÉS VISCOÉLASTIQUES PAR LES ESSAIS HARMONIQUES .....	40
<b>3 PRÉSENTATION D'UN BIOPOLYMÈRE : LE BOIS .....</b>	<b>44</b>
3.1 STRUCTURE DU BOIS : DE L'ARBRE À LA MOLÉCULE .....	44
3.1.1 Anatomie du bois.....	44
3.1.2 Structure de la paroi cellulaire .....	47
3.1.3 Organisation macromoléculaire et composition biochimique .....	48
3.2 L'EAU ET LES PROPRIÉTÉS PHYSICO-MÉCANIQUES DU BOIS.....	53
3.2.1 Les relations structure-propriété dans le bois.....	53
3.2.2 L'eau dans le bois .....	53
3.2.3 L'eau un agent de gonflement et un plastifiant .....	54
3.3 DONNÉES BIBLIOGRAPHIQUES SUR LE COMPORTEMENT VISCOÉLASTIQUE DU BOIS.....	60
3.3.1 Polymères constitutifs du bois.....	60
3.3.2 Bois massif (polymères in situ).....	62
3.3.3 Modélisation du comportement du bois .....	67
3.3.4 Bilan et perspectives.....	68
<b>CONCLUSION .....</b>	<b>74</b>



**CHAPITRE II : CONCEPTION ET RÉALISATION D’UN OUTIL EXPÉRIMENTAL DÉDIÉ À LA MESURE DES PROPRIÉTÉS VISCOÉLASTIQUES DU BOIS VERT : LE WAVE<sup>T</sup> ..... 77**

**INTRODUCTION..... 79**

**1. DESCRIPTION DU BANC D’ESSAIS HARMONIQUES..... 81**

1.1. DESCRIPTIF GÉNÉRAL ET FONCTIONNALITÉS..... 81

1.1.1. *La station de travail antivibratoire* ..... 82

1.1.2. *La chambre de conditionnement* ..... 83

1.1.3. *La cellule vibratoire*..... 83

1.1.4. *Caractéristiques des échantillons* ..... 85

1.1.5. *Plages de mesure*..... 86

1.2. CONFIGURATION MÉCANIQUE..... 87

1.2.1. *Choix du mode de sollicitation mécanique*..... 87

1.2.2. *Mise en œuvre des mors de flexion simple* ..... 88

1.2.3. *Le système de mesure de la déflexion*..... 92

1.2.4. *Calcul de la déformée de l’échantillon* ..... 99

**2. CARACTÉRISTIQUES DE LA CHAÎNE D’ANALYSE VIBRATOIRE ..... 102**

2.1. L’ÉLABORATION DES SIGNAUX : SYNTHÈSE ET MODULATION ..... 104

2.1.1. *Elaboration d’un signal modulable*..... 104

2.1.2. *Amplification du signal* ..... 104

2.2. LES CAPTEURS ET ACTIONNEURS ..... 104

2.2.1. *Pot vibrant*..... 104

2.2.2. *Capteur de force*..... 105

2.2.3. *Capteur de déplacement*..... 106

2.2.4. *Capteur de température* ..... 107

2.3. LE CÂBLAGE ET LE CONDITIONNEMENT DES SIGNAUX ..... 107

2.3.1. *Les câbles*..... 107

2.3.2. *Les conditionneurs* ..... 108

2.4. LE MATÉRIEL D’ACQUISITION ET DE RESTITUTION DES DONNÉES ..... 108

2.5. LA MISE EN ŒUVRE DE LA CHAÎNE D’ACQUISITION ..... 109

**CONCLUSION ..... 111**

**CHAP III : TRAITEMENT ET ANALYSE DES DONNÉES RÉCOLTÉES PAR LE WAVE<sup>T</sup> ..... 113**

**INTRODUCTION..... 115**

**1 MODÉLISATION DU DISPOSITIF ..... 117**

1.1 DE LA REPRÉSENTATION PHYSIQUE DU DISPOSITIF AU SYSTÈME MÉCANIQUE VIBRATOIRE ..... 117

1.2 DÉTERMINATION DES PARAMÈTRES DU MODÈLE..... 123

1.3 TESTS DE VALIDATION DU MODÈLE..... 126

1.4 UN OUTIL DE PRÉDICTION ET D’AIDE À LA COMPRÉHENSION..... 128

**2 LE CALCUL DES PROPRIÉTÉS VISCOÉLASTIQUES..... 131**

2.1 PRINCIPE..... 131

2.2 LES MÉTHODES DE CALCUL DU DÉPHASAGE..... 132

2.3	LA MÉTHODE RETENUE : DÉTERMINATION DU DÉPHASAGE PAR MÉTHODE INVERSE .....	133
2.3.1	<i>Principe</i> .....	133
2.3.2	<i>Détermination d'une valeur seuil pour le critère</i> .....	136
2.4	CORRECTION DES VALEURS DE DÉPHASAGE IDENTIFIÉES .....	138
2.4.1	<i>Mesures dans l'eau</i> .....	138
2.4.2	<i>Inertie du système</i> .....	141
<b>3</b>	<b>PILOTAGE DU DISPOSITIF</b> .....	<b>145</b>
3.1	STRUCTURE DU PROGRAMME.....	145
3.2	MODE DE FONCTIONNEMENT .....	145
	<b>CONCLUSION</b> .....	<b>148</b>

## **CHAP IV : ANALYSE MÉCANIQUE DYNAMIQUE DU BOIS VERT DANS LE PLAN TRANSVERSE JUSQU'À 95°C .....**

### **INTRODUCTION..... 151**

#### **1. VERS UNE VALIDATION DU DISPOSITIF WAVE<sup>T</sup>..... 152**

1.1	QUELQUES MESURES SUR DES MATÉRIAUX CONNUS .....	152
1.1.1	<i>Répétabilité et stabilité des mesures</i> .....	152
1.1.2	<i>« Justesse » des mesures</i> .....	153
1.2	MESURES COMPARATIVES DMA / WAVE <sup>T</sup> SUR DES ÉCHANTILLONS DE BOIS .....	157
1.2.1	<i>Quelques considérations préalables</i> .....	157
1.2.2	<i>Matériel végétal et échantillonnage</i> .....	158
1.2.3	<i>Dispositifs et protocole expérimental</i> .....	159
1.2.4	<i>Résultats et discussion</i> .....	160

#### **2. MESURES DES PROPRIÉTÉS VISCOÉLASTIQUES DU BOIS EN FONCTION DE L'ANATOMIE ET DE LA BIOCHIMIE .....**

2.1.	ETUDE DE QUELQUES ESSENCES COURANTES DE FEUILLUS .....	169
2.1.1.	<i>Matériels et méthodes</i> .....	169
2.1.2.	<i>Présentation et comparaison des résultats</i> .....	173
2.1.3.	<i>Equivalence temps-température</i> .....	182
2.2.	ETUDE DE QUELQUES BOIS DE RÉACTION .....	193
2.2.1.	<i>Bois de tension du Peuplier</i> .....	193
2.2.2.	<i>Bois de compression de l'Épicéa</i> .....	199
2.3.	BILAN ET DISCUSSIONS .....	205
2.3.1.	<i>Synthèse des résultats majeurs</i> .....	205
2.3.2.	<i>Interprétation des résultats : l'influence des structures anatomique et biochimique</i> .....	207

### **CONCLUSION .....**

## **CHAPITRE V : ETUDE DE L'ACTIVATION ET DE LA DÉGRADATION THERMIQUES DU BOIS VERT JUSQU'À 135°C .....**

### **INTRODUCTION..... 215**

#### **1. DÉVELOPPEMENT D'UN MODULE PRESSURISÉ POUR DES MESURES JUSQU'À 135°C. 216**

## Sommaire

---

1.1.	PRINCIPE DE FONCTIONNEMENT.....	217
1.2.	DIMENSIONNEMENT DE L'ENCEINTE BI-CLIMATIQUE .....	218
1.3.	DESCRIPTION DU MODULE .....	219
1.3.1.	<i>La chambre de conditionnement</i> .....	221
1.3.2.	<i>La cellule vibratoire</i> .....	222
1.4.	VALIDATION .....	225
<b>2.</b>	<b>COMPORTEMENT VISCOÉLASTIQUE DU BOIS VERT JUSQU'À 135°C .....</b>	<b>226</b>
2.1.	RAMOLLISSEMENT DU BOIS DE RÉSINEUX .....	226
2.2.	COMPORTEMENT DU BOIS SOUMIS À DES ÉCHELONS DE TEMPÉRATURE ASCENDANTS ET DESCENDANTS 231	
2.2.1.	<i>Bois de Chêne</i> .....	232
2.2.2.	<i>Bois de Sapin</i> .....	238
2.3.	COMPORTEMENT VISCOÉLASTIQUE DU BOIS VERT EN DESSOUS DE 0°C .....	240
<b>3.</b>	<b>DÉGRADATION THERMIQUE DU BOIS SATURÉ EN EAU .....</b>	<b>248</b>
3.1.	PROTOCOLE EXPÉRIMENTAL .....	248
3.2.	ÉVOLUTION DES PROPRIÉTÉS VISCOÉLASTIQUES, DE L'ANATOMIE ET DE LA COMPOSITION BIOCHIMIQUE DU BOIS AU COURS DU TRAITEMENT THERMIQUE EN MILIEU AQUEUX .....	250
3.2.1.	<i>Bois de Chêne</i> .....	250
3.2.2.	<i>Bois d'Épicéa</i> .....	259
	<b>CONCLUSION .....</b>	<b>265</b>
	 <b>CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES .....</b>	 <b>267</b>
	 <b>REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES.....</b>	 <b>273</b>
	 <b>TABLE DES SYMBOLES .....</b>	 <b>283</b>
	 <b>TABLE DES ILLUSTRATIONS.....</b>	 <b>287</b>
	 <b>ANNEXES .....</b>	 <b>299</b>
	ANNEXE I : APPROXIMATION DE LA DÉFORMÉE ENGENDRÉE PAR L'ÉCRASEMENT D'UN ÉCHANTILLON DE BOIS AU NIVEAU DE L'ENCASTREMENT DANS DES ESSAIS DE FLEXION.....	301
	ANNEXE II : CALCUL DE LA DÉFORMÉE D'UNE POUTRE EN SIMPLE ENCASTREMENT .....	304
	ANNEXE III : DÉTERMINATION DU COEFFICIENT D'AMORTISSEMENT DU POT DE VIBRATION .....	308
	ANNEXE IV : INFLUENCE DE LA GÉOMÉTRIE DE L'ÉPROUVETTE SUR LA MESURE DES PROPRIÉTÉS DE RIGIDITÉ EN FLEXION SIMPLE ENCASTREMENT.....	311
	ANNEXE V : PROPRIÉTÉS VISCOÉLASTIQUES DU BOIS DE CHÊNE EN DIRECTION TANGENTIELLE .....	313
	ANNEXE VI : PROPRIÉTÉS VISCOÉLASTIQUES DU BOIS DE HÊTRE .....	314
	ANNEXE VII : PROPRIÉTÉS VISCOÉLASTIQUES DU BOIS DE PEUPLIER.....	317
	ANNEXE VIII : PROPRIÉTÉS VISCOÉLASTIQUES DU BOIS D'ÉPICÉA .....	322
	ANNEXE IX : DIMENSIONNEMENT DE LA CHAMBRE CLIMATIQUE .....	326

**INTRODUCTION GENERALE**



Dans le contexte actuel de développement durable, et particulièrement face aux problèmes environnementaux et énergétiques, le bois, matériau renouvelable, apparaît comme une réponse pertinente. En effet, le bois, lors de sa mise en œuvre, permet de stocker le CO<sub>2</sub> qu'il a puisé dans l'air durant sa croissance (1m<sup>3</sup> de bois ≈ 1t CO<sub>2</sub> stocké). Il permet ainsi de participer à la lutte contre le réchauffement de la planète et de répondre en partie aux engagements que la France a pris au Sommet de la Terre de Kyoto en 1997. Un des témoignages de cette volonté de développer l'utilisation du matériau bois est l'application du décret de la loi sur l'air (article 21-5/ déc.96) qui prévoit l'utilisation d'une quantité minimale de bois dans les constructions nouvelles. L'objectif fixé par l'état français étant d'augmenter de 25% la part du bois dans la construction d'ici l'année 2010.

Outre ces volontés politiques, et après quelques décennies où l'Homme s'en est désintéressé au profit de nouveaux matériaux synthétiques, le bois semble faire l'objet ces dernières années d'un regain d'intérêt auprès du grand public. Que cela soit sous forme d'énergie ou en tant que matériau de construction, de mobilier ou encore associé à d'autres matières pour former des composites, le bois semble doté de nombreux atouts permettant de séduire et étonner l'Homme pendant encore de nombreuses années. D'après C.Haymoz, « le bois, c'est le plus vieux matériau de l'avenir ».

Bien sûr, dans une telle logique, l'ensemble des procédés de transformation de cet éco-matériau se doit d'être économe en énergie et respectueux de l'environnement. Il paraît également primordial d'y apporter des améliorations et des innovations. Parmi les nombreux procédés de transformation du bois, certains sont ancestraux et menés encore aujourd'hui de manière empirique. Une meilleure connaissance et appréhension du matériau sont nécessaires afin de mieux maîtriser et optimiser les procédés industriels, et ainsi améliorer la gestion des ressources énergétiques indispensables dans les procédés de transformation. Un bon exemple est celui du séchage. Durant ces dernières années, les connaissances développées à travers divers travaux de recherche associées à l'utilisation judicieuse de certaines propriétés du bois ont permis de réduire considérablement les temps de séchage, en conservant une bonne qualité du produit.

A l'image du séchage, la plupart des procédés de transformation du bois font appel à la chaleur et l'humidité : étuvage, réтификаtion, déroulage, pressage... Effectivement, la plupart des propriétés physico-mécaniques du bois dépendent étroitement de son état hygro-thermique. Par exemple, un bois chaud et humide est malléable et peut ainsi être aisément mis en forme. Lorsqu'il est ensuite refroidi et séché, il fige cette forme. Ce procédé est utilisé depuis bien longtemps de manière empirique pour la fabrication des skis, des tonneaux, des accoudoirs de chaises, des roues de chariots... Aujourd'hui, il est exploité industriellement, c'est le principe du thermoformage et du cintrage. La propriété rhéologique à l'origine de ce comportement est la viscoélasticité du matériau. Cette dernière est une caractéristique du comportement des polymères, comportement intermédiaire entre celui d'un solide élastique et celui d'un fluide visqueux. Les polymères se distinguent également des autres matériaux par leur température de transition vitreuse T<sub>g</sub>. Celle-ci marque une frontière entre deux états fondamentaux : l'état vitreux et l'état caoutchoutique. Le bois possède la particularité de résulter d'un mélange de trois polymères : la cellulose, les hémicelluloses et les lignines.

Ainsi, contrairement aux polymères homogènes, pour le bois, on ne parle pas de température de transition vitreuse mais de température de ramollissement puisque la réponse du matériau intègre les réponses des différents polymères constitutifs. Cette température de ramollissement, à laquelle le bois devient malléable, permet de donner libre cours à la créativité dans le cintrage, mais peut également présenter un intérêt crucial dans d'autres procédés de transformation du bois : séchage, déroulage... et de fabrication de matériaux à base de bois : pressage des panneaux... Le chauffage des grumes de bois humides (étuvage) avant le déroulage permet de relaxer en partie les contraintes de croissance et assure ainsi l'obtention d'un placage de qualité. Une utilisation stratégique des propriétés viscoélastiques du bois permet également d'accélérer les procédés de séchage (Cf. Aguiar & Perré, 2000). En se plaçant au niveau de la température de ramollissement lorsque le bois est encore humide, il est alors possible de diminuer les contraintes de séchage.

En outre, les propriétés viscoélastiques du bois et en particulier la température de ramollissement dépendent étroitement de la nature et de la structure anatomique et biochimique du bois. La compréhension, la caractérisation et la modélisation du comportement viscoélastique sont donc cruciales si l'on veut optimiser et simuler les procédés industriels.

Ainsi les travaux présentés dans ce mémoire tentent d'apporter une pierre à cet édifice de la rhéologie du bois. Il s'agit d'une action menée au LERMAB (Laboratoire d'Etudes et de Recherches sur le Matériau Bois) grâce à une allocation de recherche du Ministère de l'Education Nationale, de la Recherche et de la Technologie.

L'objectif majeur de ce travail est de caractériser le comportement viscoélastique du bois en fonction de sa structure anatomique et macromoléculaire. L'ensemble des données et paramètres expérimentaux collectés pourra permettre à terme d'établir et d'alimenter un modèle rhéologique robuste et pertinent pour le matériau bois.

D'origine végétale, le bois est caractérisé par une organisation complexe et une forte variabilité dépendant des conditions de croissance et du patrimoine génétique de l'espèce. Face à cette variabilité et à l'influence du couplage hygro-thermique sur les propriétés du matériau issu de cette matière végétale, il est souvent nécessaire de mettre en place des dispositifs spécifiques pour étudier les propriétés physiques et mécaniques.

Ainsi, une part importante de ce travail a consisté à mettre au point un dispositif expérimental assurant l'analyse mécanique dynamique du bois saturé en eau dans le plan transverse. Les essais harmoniques réalisés par cet appareil appelé WAVE<sup>T</sup> (Environmental Vibration Analyser for Wood), permettent de mesurer les propriétés viscoélastiques du matériau en fonction de la température, de la teneur en eau et du temps de sollicitation.

Ce mémoire s'articule en cinq parties, permettant au lecteur de découvrir successivement le fonctionnement précis de ce dispositif expérimental innovant puis d'accéder à de nombreuses caractéristiques du comportement viscoélastique et de la dégradation thermique du bois vert.

Le **premier chapitre** délivre les notions nécessaires et utiles à la compréhension de l'étude. Ces notions sont relatives à la rhéologie des polymères, aux méthodes expérimentales de

caractérisation des propriétés viscoélastiques des matériaux et également à la structure et aux propriétés du bois. Cette première partie est aussi l'occasion d'établir un état de l'art dans le domaine de la rhéologie du bois.

Le **deuxième chapitre** établit un descriptif du dispositif expérimental WAVE<sup>T</sup>. L'accent est porté sur les dispositions particulières adoptées en rapport avec les spécificités du bois, d'un point de vue de la rigueur mécanique et de l'analyse vibratoire.

Le **troisième chapitre** est consacré à la description des méthodes d'analyse et de traitements des données issues du WAVE<sup>T</sup>. Un modèle analytique, permettant de corriger les mesures des propriétés viscoélastiques à proximité des modes de résonance du dispositif, est détaillé. Le logiciel assurant le pilotage automatique du dispositif est également décrit succinctement à la fin de ce chapitre.

Le **quatrième chapitre** propose une étude comparative des mesures des propriétés viscoélastiques effectuées à l'aide du WAVE<sup>T</sup> et d'un appareil du commerce sur des échantillons de bois. Il synthétise et exploite par la suite l'ensemble des mesures réalisées sur diverses essences tempérées de bois en fonction de la direction matérielle (radiale ou tangentielle), du type de bois (bois normal, bois de réaction, bois juvénile...) sur une plage de température s'étendant de 5 à 95°C et pour des fréquences de sollicitation variant entre 5 mHz et 10 Hz.

Le **dernier chapitre** est dédié à l'étude de l'activation et de la dégradation thermiques des propriétés viscoélastiques du bois au-dessus de 100°C en milieu aqueux. Il décrit un second module expérimental muni d'une chambre de conditionnement pressurisé permettant les mesures des propriétés viscoélastiques dans des conditions de saturation en eau au-delà de 100°C. Ce chapitre donne le résultat des mesures réalisées entre 5°C et 135°C sur diverses essences de bois. Une dernière partie est consacrée à la dégradation thermique du bois saturé en eau à haute température ; cette étude est dotée, en plus des essais harmoniques réalisés via le dispositif WAVE<sup>T</sup>, d'une analyse microscopique et biochimique.





**CHAPITRE I : Données bibliographiques**



## **Introduction**

Un polymère est une substance en général organique (parfois en partie inorganique) liquide ou solide à température ambiante, qui est constituée de macromolécules. Un polymère peut être d'origine naturelle (caoutchouc, cellulose, collagène...) ou bien être synthétisé par voie chimique ou enzymatique par une réaction de polymérisation (PVC :Chlorure de Polyvinyle, PS : Polystyrène, PMMA :Polyméthacrylate de méthyle...).

La notion de macromolécule n'est apparue que tardivement dans l'histoire de la chimie. Bien qu'intuitée par Weber au début du XIX<sup>ème</sup> siècle, de nombreux chercheurs ne voient là que des agrégats ou des micelles. C'est dans les années 1930, en grande partie grâce aux travaux de Staudinger, que la notion de macromolécule est acceptée. Le développement industriel de la science macromoléculaire qui s'en est suivi a été accéléré par la seconde guerre mondiale. En effet, les Etats-Unis privés de leur approvisionnement en ressource naturelle, comme par exemple le caoutchouc provenant d'Asie, ont dû lancer un immense programme de recherche visant à trouver des substituts de synthèse. Les polymères synthétiques se sont ensuite répandus dans de nombreux domaines industriels, et nous les retrouvons, de nos jours, un peu partout autour de nous au quotidien (des vêtements et chaussures aux emballages en passant par de nombreuses pièces automobiles). Les polymères représentent donc une classe importante des matériaux de la vie moderne.

Actuellement, face aux graves problèmes écologiques qui touchent notre planète, nous cherchons à réduire l'utilisation de ces polymères synthétiques pour favoriser l'utilisation de matériaux naturels renouvelables. En effet, les polymères synthétiques qui utilisent le pétrole comme matière première, sont relativement gourmands en énergie lors de leurs étapes de fabrication, et posent un problème majeur de recyclage en fin de vie. Ainsi, depuis maintenant quelques années, la communauté scientifique et les industriels recherchent des matériaux naturels renouvelables pouvant se substituer ou s'intégrer aux polymères synthétiques.

Lorsqu'un polymère est renforcé par des fibres, il forme ce qu'on appelle un matériau composite. L'émergence de nouveaux produits comme les composites bois-plastique, appelés couramment WPC, (Wood Plastic Composite) qui allient des fibres de bois à des plastiques (PVC recyclés par exemple) traduisent cette volonté nouvelle, soucieuse de l'environnement. D'autres fibres naturelles comme les fibres de chanvre, entre autres, sont utilisées depuis plusieurs années déjà pour consolider les plastiques utilisés dans des domaines industriels majeurs, comme celui de l'automobile.

Bien sûr, le recours aux biomatériaux dépasse parfois cette volonté environnementale et est tout simplement motivé par des facteurs économiques, législatifs ou encore par des facteurs exigés par le milieu d'utilisation du matériau. C'est le cas des matériaux bio-compatibles utilisés dans le milieu médical, par exemple en substitution de tissus osseux.

Ainsi, dans ce contexte de développement durable, l'utilisation massive des matériaux renouvelables d'origine végétale semble incontournable à l'avenir. Le bois, polymère hétérogène d'origine végétale, matériau composite, prend une dimension tout à fait intéressante dans ce contexte. Et comme le font remarquer H. Albertini & E. Puech-Pobert :

« les différentes étapes de l'évolution de l'homme ont coïncidé avec le processus d'évolution des outils, depuis le premier jour, le bois a été présent dans cette évolution ». Matériau de base dans la construction depuis les origines, le bois a su s'adapter aux avancées technologiques les plus performantes. Il semble que se profilent à l'avenir de nouveaux défis que ce matériau devra relever.

Ce chapitre bibliographique a pour principale vocation de familiariser le lecteur avec quelques notions relatives à ce polymère original qui est le bois, à son comportement mécanique et de souligner les principaux faits expérimentaux auxquels il sera éventuellement fait référence par la suite.

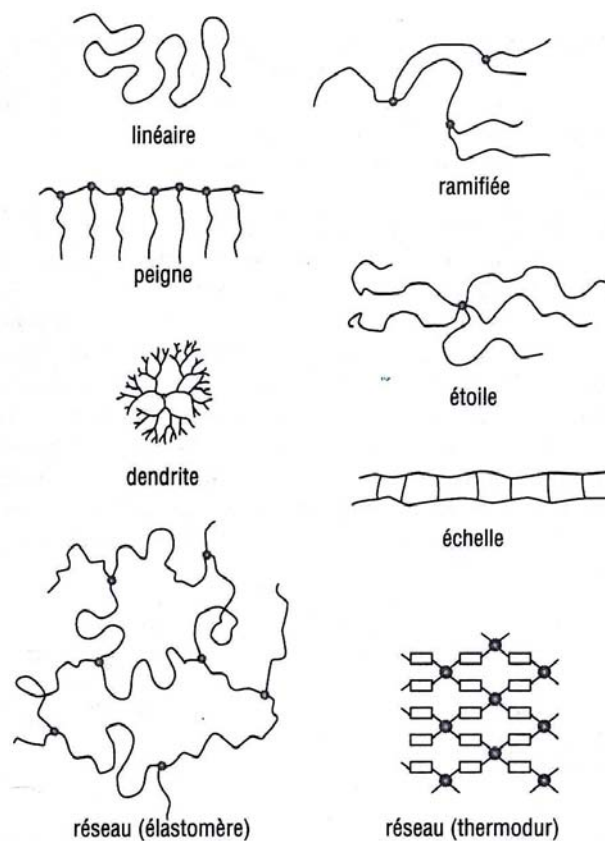
Au préalable, dans les deux premières parties de ce chapitre introductif, le lecteur pourra trouver des informations générales sur le principe de structure des polymères et leurs propriétés. Une revue des moyens d'investigation permettant de caractériser ces matériaux y est proposée. Le comportement des polymères est par ailleurs abordé du point de vue de la rhéologie. Celle-ci peut être définie comme un « microscope d'événements se passant à une échelle microscopique, voire moléculaire » pour reprendre les termes de L. Choplin. Nous développerons plus en détail ces notions dans les paragraphes concernés.

# 1 Caractéristiques générales des matériaux polymères

## 1.1 Principes de structure

Un polymère est un matériau composé de longues chaînes moléculaires appelées macromolécules. Celles-ci sont constituées d'une chaîne principale, appelée également squelette, sur laquelle des atomes de natures chimiques différentes ou des molécules peuvent se substituer latéralement. Ces groupes d'atomes sont appelés substituants. Ils peuvent soit stabiliser et rigidifier ou au contraire affaiblir la macromolécule.

Les polymères peuvent être obtenus à partir d'un seul et même type de monomères. Ils peuvent aussi être synthétisés à partir de monomères de natures différentes ou par réaction entre des oligomères ou des macromolécules. On obtient par assemblage des unités constitutives, des structures linéaires, ramifiées ou réticulées (Figure I- 1).

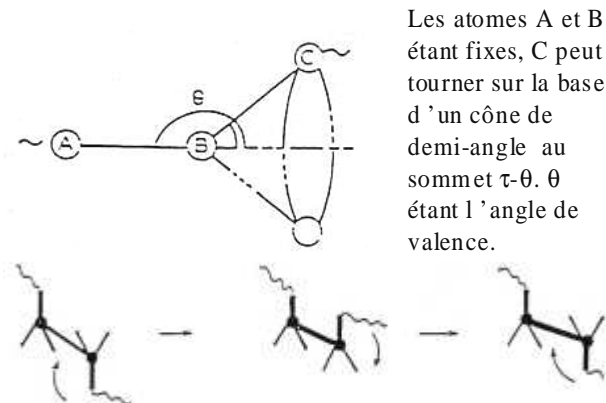


**Figure I- 1: Les principaux types d'architecture macromoléculaire**  
(extrait de Trotignon et al., 1996)

Les liaisons primaires (covalentes) sont de nature chimique. Elles assurent un lien fortement énergétique entre les unités monomères (40-800 kJ/mol). Les liaisons secondaires assurent la cohésion entre macromolécules par l'intermédiaire de forces de cohésion physiques. L'énergie de liaison est approximativement de 2 à 20 kJ/mol (Ehrenstein et Montagne, 2000).

## 1.2 Transition vitreuse

La transition vitreuse est directement liée à la mobilité de groupes ou de séquences au sein de la molécule et de mouvement de reptation des chaînes de polymères. A basse température, les molécules ont une mobilité minimale. Lorsque la température est plus élevée, elles reçoivent un apport d'énergie thermique et vont devenir plus mobiles, c'est l'agitation thermique. Cette mobilité nécessite des espaces libres supplémentaires, ce qui provoque une dilatation des corps. La température de transition vitreuse est souvent notée  $T_g$ .



**Figure I- 2 : Rotations possibles autour une liaison covalente de deux carbonnes**

L'acte élémentaire de tout mouvement au sein d'une macromolécule se traduit par une rotation autour d'une liaison simple (Figure I- 2), les liaisons multiples et les noyaux aromatiques étant rigides. Cette rotation conserve l'angle de valence. La rotation des atomes est favorisée par une élévation de température et est défavorisée par la rigidité du squelette. Les mouvements liés à la transition vitreuse sont des mouvements coopératifs, ils impliquent entre 20 et 60 mères (Kausch *et al.*, 2001).

A des températures inférieures à  $T_g$ , plusieurs transitions secondaires peuvent apparaître. Ces transitions sont associées à des mouvements plus localisés, soit de la chaîne principale (impliquant un nombre restreint de liaisons), soit de groupes latéraux. La transition vitreuse est souvent notée  $\alpha$ . Dans ce cas, les transitions secondaires sont appelées  $\beta$ ,  $\gamma$ ,  $\delta$ ... en fonction de l'ordre de leur apparition lors d'un refroidissement.

De nombreux paramètres affectent la valeur de la température de transition vitreuse. Toutefois, il est admis que les paramètres ayant la plus grande influence sont liés à la flexibilité des chaînes macromoléculaires, à la taille et à la polarité des groupes latéraux ainsi qu'à la masse moléculaire.

- Flexibilité des chaînes macromoléculaires

Elle est déterminée par la rotation autour d'une liaison simple au niveau du squelette principal et elle dépend de la nature des groupements atomiques qui constituent son squelette. Lorsque la flexibilité des chaînes diminue, la température de transition vitreuse augmente.

- Taille des groupes latéraux

On admet classiquement que plus la taille des groupes latéraux est grande, plus la température de transition vitreuse est élevée. Cette règle est néanmoins valable que lorsque les groupes latéraux sont rigides. En effet, pour des groupes flexibles, la mobilité des séquences latérales apporte un supplément de volume libre d'autant plus important que la séquence est plus longue. Ce phénomène s'appelle plastification interne. Dans ce cas  $T_g$  diminue avec l'augmentation de taille des groupes latéraux.

- Polarité des groupes latéraux

Plus la polarité des groupes latéraux est grande, plus la température de transition vitreuse est élevée. En effet, il existe un lien fort entre l'énergie de cohésion et  $T_g$ . Il a été observé des fortes températures de transition vitreuse dans des polymères où des interactions spécifiques, comme les ponts hydrogènes, jouent un rôle important.

- Masse moléculaire

En 1950, Fox et Flory ont observé que la température de transition vitreuse augmente avec la masse moléculaire moyenne. Le phénomène est lié à la concentration en bouts de chaînes. En effet, plus le nombre de bouts de chaînes est grand (faible masse moléculaire), plus le volume libre est important, plus  $T_g$  est basse.

Il est également intéressant de remarquer que lorsque deux polymères différents sont mélangés, les propriétés du mélange ne sont pas identiques à celles des matières de départ. Elles sont soit intermédiaires, soit réduites ou encore améliorées par rapport aux propriétés de chacun des polymères d'origine (Ehrenstein et Montagne, 2000).

Néanmoins, dans ce cas, la transition vitreuse peut quelquefois être approchée par l'équation de

$$\text{Fox : } \frac{1}{T_g} = \frac{\omega_1}{T_{g_1}} + \frac{\omega_2}{T_{g_2}} \quad \text{où } \omega_i \text{ est la fraction de chaque composant mère.}$$

### 1.3 Les moyens d'investigation

Cette structure particulière des polymères leur confère un certain nombre de propriétés, propriétés thermiques, magnétiques, électriques, mécaniques... Le domaine transitoire est souvent caractérisé par la variation brutale de ces propriétés (Oudet 1994).

Les procédures expérimentales permettant de caractériser et d'étudier les phénomènes de transition des polymères sont nombreuses. La principale méthode pour cerner et déterminer l'état de transition vitreuse est de suivre une grandeur physique subissant de part et d'autre de  $T_g$  une variation. Les propriétés du matériau suivies au cours de l'excitation peuvent être de différente nature : physique, thermique ou thermodynamique, électrique, magnétique, mécanique... On se propose ici de décrire brièvement quelques méthodes classiques utilisées pour caractériser les polymères. En effet, une large partie de ce travail de thèse étant consacrée à l'élaboration d'un dispositif expérimental, c'est ici l'occasion de mettre l'accent sur les outils expérimentaux utilisés dans la littérature, tout en découvrant plus en détail la nature des propriétés des polymères. Cette liste ne se veut en aucun cas exhaustive.

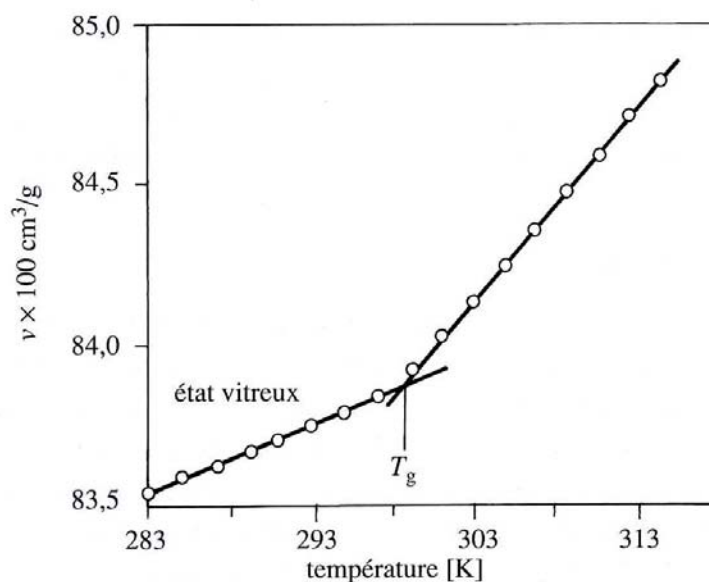


### 1.3.1 Mesures dilatométriques

Pendant longtemps, et du fait de la simplicité de sa mise en œuvre, la seule méthode de détermination de la température de transition consistait à mesurer les variations du volume spécifique ou des dimensions d'un échantillon en fonction de la température. Le volume spécifique est défini comme étant le volume par unité de masse. Comme le montre la Figure I- 3, il varie de façon sensiblement linéaire de part et d'autre de la transition vitreuse. Le coefficient d'expansion thermique ou de dilatation thermique  $\alpha$ , est approximativement constant dans chacune de ces gammes de température.

$$\alpha = \frac{1}{V} \left( \frac{\partial V}{\partial T} \right)_p$$

Tg est définie par l'extrapolation définie sur la Figure I- 3. La valeur de Tg obtenue de cette manière est d'autant plus élevée que la vitesse de refroidissement est rapide. En d'autres termes, le volume total associé à Tg diminue lorsqu'on diminue la vitesse de refroidissement.



**Figure I- 3 : Evolution du volume spécifique du PVAc en fonction de la température (extrait de Kausch & al., 2001 d'après Kovacs 1958)**

### 1.3.2 Analyse thermique (ATD, DSC)

La mesure de la capacité calorifique représente un excellent indicateur des transitions d'un polymère. En effet, on observe un changement brusque de la capacité calorifique, lors d'un changement de température, au niveau de Tg.

L'Analyse Thermique Différentielle (ATD) a été imaginée en 1899 par Roberts-Austen. En ATD, on mesure l'écart  $\Delta T$  de température entre un échantillon et un matériau de référence inerte placés dans un four dont la température augmente à vitesse constante programmée. On entend par échantillon inerte un échantillon dépourvu d'effets thermiques dans le domaine de température considéré. On suit alors l'évolution de  $\Delta T$  en fonction de la température. Une transition se traduit par un déplacement de la courbe, proportionnel à l'augmentation de la

capacité calorifique de l'échantillon. En effet, la capacité calorifique des polymères est plus élevée au-dessus de la température de transition vitreuse. La quantité de chaleur nécessaire pour suivre l'augmentation de température de l'échantillon est donc plus importante.

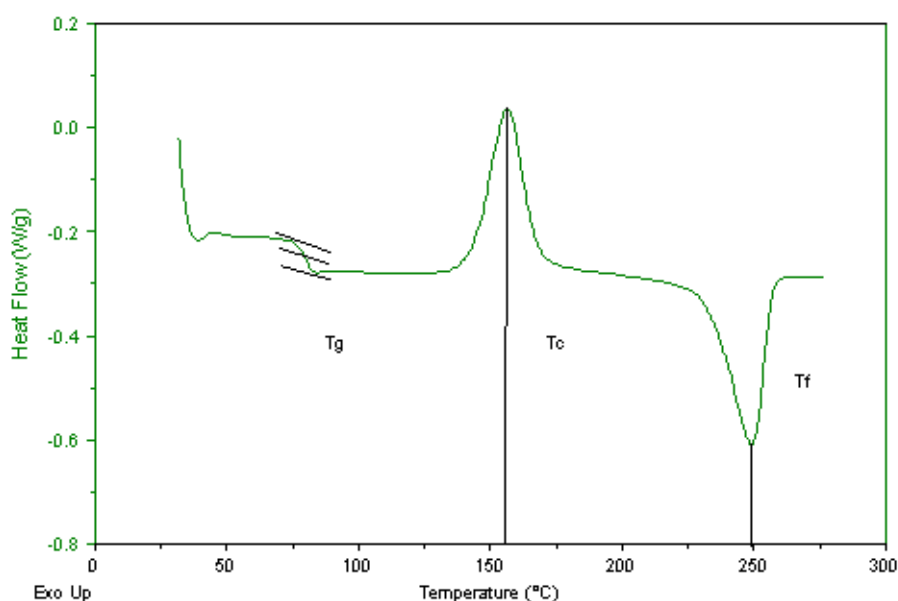
L'ATD donne essentiellement des informations qualitatives sur les phénomènes thermiques : température de réaction, sens du phénomène, intensité relative du phénomène.

La technique de Calorimétrie Différentielle à Balayage (DSC) consiste à mesurer la différence entre les puissances à fournir à l'échantillon et à une référence de manière à les maintenir à la même température pendant un balayage en température à vitesse de chauffage constante. La puissance normalisée par la vitesse de balayage et par la masse de l'échantillon a les dimensions d'une chaleur spécifique massique et est généralement présentée comme telle.

On peut mesurer indifféremment à chaque instant le flux thermique  $\frac{dH}{dt}$  ( $J.s^{-1}$ ) ou la puissance thermique (W) envoyés pour maintenir l'identité de température entre les deux échantillons.

$$\frac{dH}{dt} = mC_p \frac{dT}{dt}$$

La transition est généralement en forme de « S », et  $T_g$  est souvent définie comme l'inflexion de la courbe  $C_p(T)$  ou  $\dot{H}(T)$  (Figure I- 4).



**Figure I- 4 : Courbe théorique de DSC ( $T_g$  : température de transition vitreuse,  $T_c$  : température de cristallisation,  $T_f$  : température de fusion)**

Comme le montre la courbe théorique de la Figure I- 4, ces méthodes peuvent également mettre en évidence d'autres phénomènes tels qu'un changement d'état. L'ensemble de ces phénomènes se traduit par un pic soit exothermique, soit endothermique.

La valeur de  $T_g$  obtenue de cette manière est d'autant plus élevée que la vitesse de refroidissement est rapide. Ainsi, que cela soit pour les mesures dilatométriques ou pour les mesures thermiques, une valeur précise de  $T_g$  n'a aucun sens si la vitesse et la technique de mesure ne sont pas indiquées.

### ***1.3.3 Spectroscopie IR (Infrarouge) et RMN (Résonance Magnétique Nucléaire)***

Ces méthodes consistent à exciter des échantillons à certaines fréquences (ondes infrarouges ou hertziennes selon le type de spectroscopie) et à étudier le comportement des molécules et des atomes le constituant.

La spectroscopie RMN est basée sur les propriétés magnétiques des noyaux atomiques. Tous les noyaux atomiques possèdent une charge en rotation appelée spin nucléaire. Sous l'action d'un champ magnétique externe uniforme, le noyau atomique peut prendre différentes orientations correspondant à différents niveaux d'énergie. Lorsqu'un champ alternatif est superposé au champ statique, il y a absorption d'énergie s'il y a résonance. Et il y a résonance si la fréquence appliquée correspond à la fréquence propre du noyau. Le signal (énergie absorbée en fonction de la fréquence) se traduit sous forme d'un pic. Il diffère de part et d'autre de la transition vitreuse. A l'état liquide, les fluctuations dans le milieu sont rapides, le signal est étroit. En dessous de  $T_g$ , les interactions entre les chaînes sont fortes, le signal est large. La modification de mobilité au passage par  $T_g$  se caractérise donc par une modification de la largeur des pics.

En spectroscopie IR, les radiations sont absorbées par les molécules en tant qu'énergie de vibration moléculaire. Ces absorptions sont quantifiées, la fréquence des oscillations dépend des masses des atomes et de la force du lien.

Ces méthodes permettent de déterminer les propriétés structurales des polymères, d'identifier les groupements fonctionnels et de suivre leur évolution et leurs mouvements au sein de la macromolécule, en fonction des sollicitations qui peuvent lui être appliquées. Plus concrètement, il s'agit de suivre l'évolution des pics (nombre, localisation, et forme des pics) en fonction des sollicitations (mécaniques, thermiques...) imposées à l'échantillon.

Ces méthodes spectroscopiques sont très puissantes, leur inconvénient réside essentiellement dans leur coût et également dans le fait qu'elles ne permettent pas d'accéder directement aux valeurs des propriétés viscoélastiques.

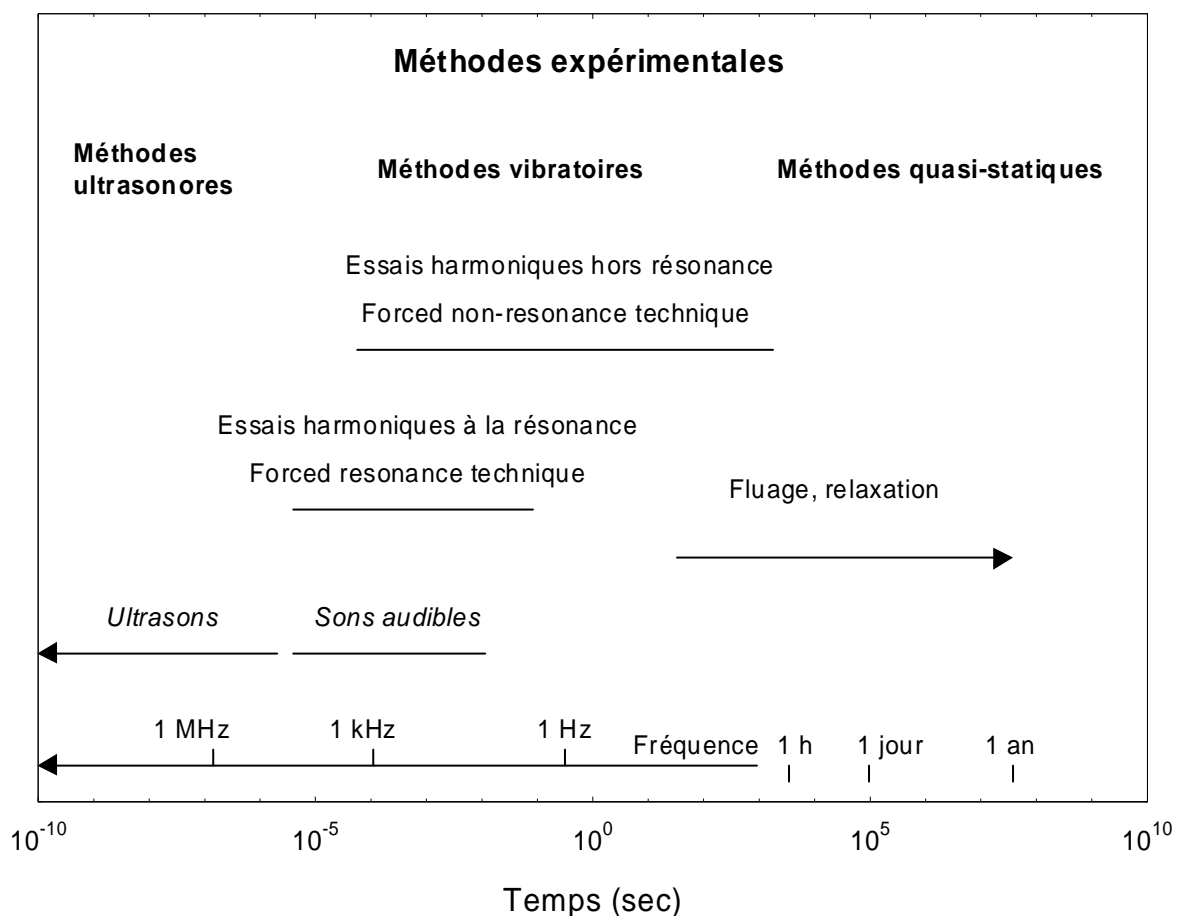
### ***1.3.4 Analyse diélectrique (DETA)***

Les matériaux polymères sont naturellement des diélectriques. Il n'y a que des polymères très spéciaux qui soient conducteurs de l'électricité. L'Analyse Thermique Diélectrique (DETA) est une méthode relativement courante pour explorer les phénomènes moléculaires telles que les relaxations. Dans cette méthode oscillatoire, un champ électrique de faible voltage est appliqué à l'échantillon. Celui-ci se comporte à la fois comme une résistance et comme un condensateur en modifiant le champ électrique. La constante diélectrique complexe ( $\epsilon^*$ ) peut être déterminée en mesurant les variations d'amplitude et de phase du courant électrique de retour. La constante diélectrique complexe peut être divisée en la permittivité diélectrique ( $\epsilon'$ ) qui représente l'énergie électrique stockée et en facteur de perte diélectrique ( $\epsilon''$ ) qui représente l'énergie dissipée dans le matériau.  $T_g$  se traduit par la zone où l'absorption d'énergie est maximale. Les essais d'oscillations électriques sont très proches des essais mécaniques harmoniques que nous allons détailler dans le point suivant. D'ailleurs, on retrouve le même principe d'équivalence temps-température, notion centrale de ce travail à laquelle nous avons consacré le paragraphe 2.3.

### 1.3.5 Expériences mécaniques

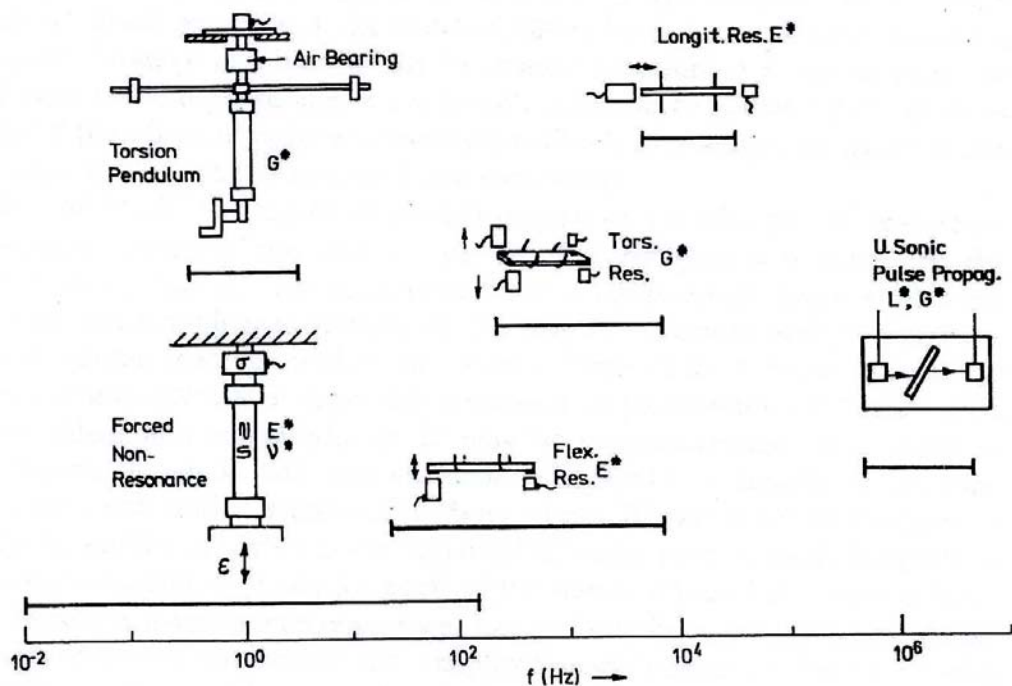
Une des manifestations les plus spectaculaires de la transition vitreuse est la variation des propriétés mécaniques. On dispose actuellement d'une très grande gamme d'essais mécaniques qui dépendent de la fréquence de sollicitation. L'ouvrage de Read & Dean (1978) propose une revue intéressante des méthodes mécaniques les plus courantes, ainsi que du matériel existant pour les mettre en œuvre.

On recense de nombreuses méthodes allant de la fraction de Hertz aux hypersons ( $f > 500$  MHz) en passant par les fréquences acoustiques, audibles et ultrasonores (Figure I- 5). Il n'existe pas de méthode « idéale », de plus la gamme de fréquence est limitée à quelques décades pour chaque appareil.



**Figure I- 5 : Répartition des méthodes d'investigation mécaniques en fonction de la fréquence**

Read & Duncan (1981) présentent le résultat de mesures réalisées sur le PMMA et le PVC à l'aide de la combinaison de plusieurs techniques expérimentales (Figure I- 6). Les mesures s'étendent ainsi sur une plage de fréquence allant de  $10^{-2}$  à  $10^7$  Hz. L'inconvénient majeur de réaliser des mesures à l'aide de différents appareils expérimentaux est l'erreur inhérente à chaque méthode.



*Figure I- 6 : Illustration schématique des différents dispositifs expérimentaux utilisés par Read & Duncan, 1981*

### 1.3.5.1 Essais quasi-statiques

Ces méthodes consistent à enregistrer des courbes de contrainte ou de déformation au cours du temps. Les essais les plus courants sont les expériences de fluage et de relaxation. Au cours des essais de fluage, on impose une contrainte constante à un échantillon et on suit sa déformation au cours du temps. De la même manière, les essais de relaxation consistent à imposer une déformation constante et à suivre l'évolution de la contrainte au cours du temps. Ces méthodes restent certes dans le cadre des techniques transitoires. Toutefois, on a l'habitude d'y traiter seulement les essais de fluage et de relaxation pour des temps longs excédant la minute.

La zone de transition se traduit par une spectaculaire décroissance de la rigidité du matériau qui s'exprime soit par une forte augmentation de la déformation soit par une forte diminution de la contrainte (respectivement pour le fluage et la relaxation).

Les variantes recensées dans ces différentes méthodes se situent surtout au niveau du matériel choisi pour appliquer la force (poids suspendus, méthodes électromagnétiques ou hydrauliques...), au niveau des appareils de mesure de la force et du déplacement (LVDT, capteurs capacitifs, capteurs extensométriques jauges de contrainte, ...), et également au niveau du mode déformation (compression, torsion ou flexion).

L'inconvénient de ces méthodes réside dans le fait que les résultats prennent en compte, sans pouvoir s'en affranchir, la relaxation de contraintes liées à la fabrication ou à la formation du matériau (contraintes internes ou résiduelles). Et, dans le cas des essais activés thermiquement, on ne peut découpler les effets du temps et de la température.

### 1.3.5.2 Essais harmoniques

Lorsqu'on sollicite le matériau par une contrainte cyclique, aux températures proches de  $T_g$ , la déformation est en retard sur la contrainte.  $T_g$  se traduit par l'augmentation de la capacité d'amortissement du matériau.

Les essais harmoniques consistent à appliquer à un échantillon des *vibrations forcées pour une fréquence donnée (forced non-resonance technique)*. Ceux-ci se différencient par la gamme de fréquence qu'ils utilisent. Ils ont beaucoup évolué au cours du siècle dernier et représentent un puissant outil de caractérisation.

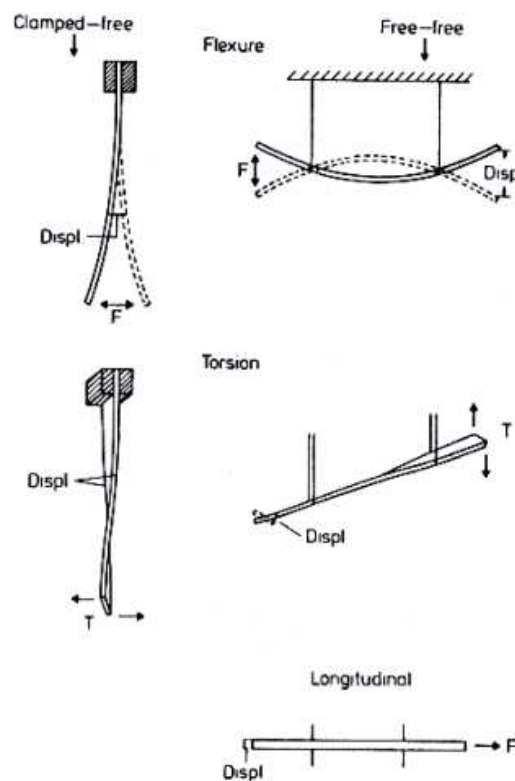
- A très basse fréquence (jusqu'à quelques Hertz), les pendules de torsion et de flexion ont beaucoup été utilisés. L'expérience du double-pendule de flexion a été mise au point par Plenard en 1958 et a été exploitée par de nombreux auteurs sur des métaux, des composites et le bois. Cette méthode est bien adaptée au suivi du frottement interne et de la rigidité d'un matériau à des fréquences voisines du Hertz, moins précise pour évaluer des grandeurs absolues (Guerrin 1990).
- A basse fréquence (fréquences allant jusqu'à quelques dizaines de Hz), on utilise souvent une excitation par flexion alternée. Historiquement, on peut trouver l'appareil de Forster (Elastomat), d'Oberst, de Bruel et Kjaer dans lequel l'éprouvette est excitée par un procédé magnétique. Plus récemment, sont apparus sur le marché des appareils « prêts à l'emploi ». Il s'agit d'appareils commerciaux de type DMA (Dynamic Mechanical Analyser) ou DMS (Dynamic Mechanical Spectrometer). On trouve souvent les appareils Seiko DMS6100, Tritec 2000 DMA, TA Instruments DMA2980...pour n'en citer que quelques-uns. Ce type d'instrument est capable d'appliquer divers modes de déformation (flexion, traction, compression, cisaillement...) et permet de suivre l'évolution des propriétés viscoélastiques (rigidité et capacité d'amortissement) en fonction de la contrainte, de la fréquence, et de la température. Ces appareils « prêts à l'emploi » performants et extrêmement pratiques pour les mesures en routine présentent tout de même un inconvénient majeur lié à leur caractère « boîte noire ». En effet, seules les propriétés viscoélastiques sont livrées, or nous savons que celles-ci sont calculées à partir des mesures de forces et de déplacements. L'accès aux étapes qui permettent de passer de l'une à l'autre de ces données n'est pas autorisé. Nous reviendrons plus en détail sur cette méthode harmonique et sur les problèmes évoqués au cours de ce dernier point dans la suite de ce manuscrit, puisqu'elle constitue le noyau de cette thèse. L'appareil expérimental conçu fonctionne en effet en flexion dynamique à basse et très basse fréquence. Les appareils du commerce sont souvent donnés pour des fréquences allant jusqu'à 200 Hz, mais nous savons qu'au-delà de 50 Hz, les fréquences de résonance du système peuvent perturber les mesures. Le caractère dynamique de l'ensemble mobile n'est plus négligeable. Au-delà de quelques dizaines de Hertz, il est donc plus raisonnable de faire appel à des essais dynamiques.

### 1.3.5.3 Essais dynamiques

Nous entendons ici, par essais dynamiques, les méthodes qui tiennent compte de l'inertie de l'éprouvette (et donc des fréquences de résonance).

Dans la région des fréquences audibles, d'environ 20 Hz à quelques 20 kHz, les propriétés viscoélastiques des matériaux sont souvent déterminées par des méthodes qui utilisent les fréquences de résonance : *vibrations forcées sur un mode de résonance (audiofrequency resonance method)*. Ces méthodes sont souvent employées pour des matériaux utilisés dans la fabrication des instruments de musique. Il s'agit de mettre en vibrations forcées une éprouvette au voisinage d'un mode de résonance.

Il y a classiquement trois types de vibration utilisés dans ces méthodes de résonance : les vibrations en flexion, les vibrations en torsion et les vibrations longitudinales. Pour chaque type de vibration, les mesures peuvent être réalisées dans des configurations différentes, représentées sur la Figure I- 7. Pour éviter les effets d'encastrement, l'échantillon peut être suspendu par deux fils symétriques au niveau des nœuds correspondant au mode de résonance. On parle ainsi par exemple de « free-free flexural method » (vibration de flexion libre-libre). Pour les vibrations longitudinales des aiguilles sont préférées aux fils.

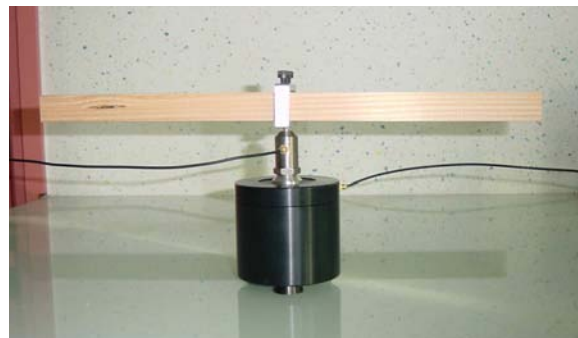
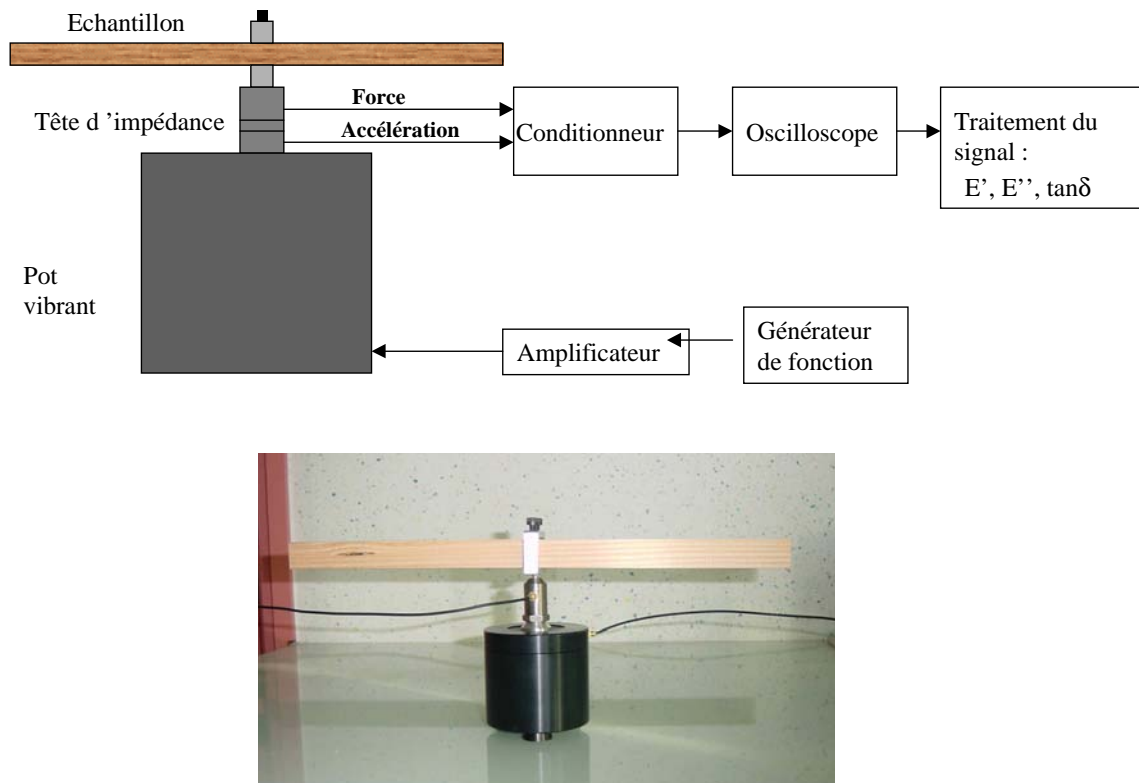


**Figure I- 7 : Les différents types de vibrations et de supports possibles pour les « audiofrequency resonance method » d'après (Read & Dean, 1981)**

Les modes d'excitation sont également variés. En vibration encastree, on utilise souvent un pot vibrant électromagnétique.

- « Clamped-free flexural method » ou « Fixed-free flexural method »

C'est une méthode couramment utilisée pour caractériser le bois destiné au luthier. L'échantillon est sollicité par un pot vibrant, les mouvements de l'échantillon sont détectés par un accéléromètre. Les conditionneurs permettent d'accéder à l'accélération, la vitesse, ou le déplacement.



**Figure I- 8 : Dispositif expérimental “fixed-free flexural vibration method”**

Nous ouvrons ici une parenthèse afin de présenter sur la Figure I- 9 quelques pics de résonance mesurés au LERMAB (Bettinelli 2004) pour différents types de bois à l'aide du dispositif expérimental présenté sur la Figure I- 8. Il apparaît clairement que la capacité d'amortissement varie sensiblement d'un bois à l'autre. De nombreux travaux traitent de ce sujet, nous pouvons citer au passage quelques références intéressantes (Obataya *et al.*, 1998, 2001, 2003).



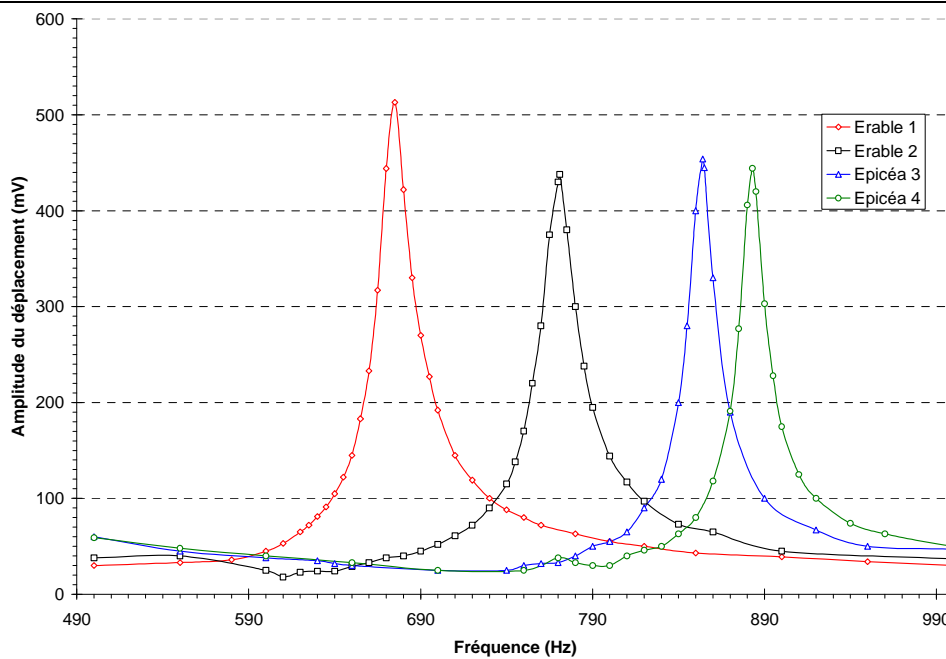


Figure I- 9 : Exemple de pics de résonance mesurés pour plusieurs types de bois

La formule d'Euler-Bernouilli appliquée à des vibrations transversales de faibles amplitudes pour une poutre libre-encastree, nous permet de déterminer le module d'Young en fonction du mode de résonance.

$$E_{EB} = \frac{48\pi^2 \rho l^4}{m_1^4 h^2} f_1^2 \text{ avec}$$

$\rho$  masse volumique ( $\text{kg.m}^{-3}$ )

$l$  longueur de la poutre de l'encastrement à l'extrémité libre (m)

$h$  épaisseur de la poutre (m)

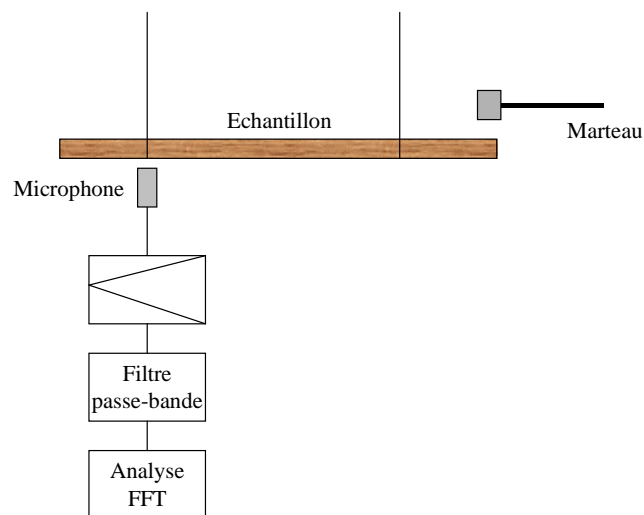
$f_1$  fréquence de résonance (1<sup>er</sup> mode) (Hz)

$m_1$  (constante sans dimension) = 4.73 (résultant du calcul des pôles du coefficient d'amplification mécanique pour le premier mode de résonance).

Le caractère fini de l'amplitude à la résonance est lié à l'amortissement. La fréquence de résonance et l'acuité de la courbe autour de la résonance permettent de déterminer la capacité d'amortissement du matériau.

▪ « Free-free flexural method » (Figure I- 10)

Comme nous l'avons vu précédemment, ce dispositif consiste à suspendre l'échantillon par des fils au niveau de la position des nœuds correspondant au mode de résonance. Des vibrations latérales sont provoquées à une extrémité de l'échantillon par l'impact donné par un marteau. Les mouvements de l'échantillon sont détectés à l'autre extrémité par un microphone.



**Figure I- 10 : Dispositif expérimental “free-free flexural vibration method”**

L'inconvénient de ces méthodes est qu'elles reposent sur une fréquence unique : la fréquence de résonance (et éventuellement les fréquences des autres harmoniques). Elles limitent donc la fenêtre d'étude du matériau.

La plupart des appareils décrits dans les parties précédentes peut également être utilisée en régime d'oscillations libres. Le principe est de faire vibrer l'éprouvette, de couper l'excitation et d'enregistrer la décroissance de l'amplitude en fonction du temps. Généralement, on utilise ces méthodes pour de faibles amortissements en prenant la précaution de minimiser l'influence du frottement dû à l'air ou au gaz ambiant. On peut également exciter par choc (longitudinal, transversal ou oblique) et tenir l'éprouvette au centre. On utilise un capteur accélérométrique (piézo-électrique) solidaire de la fixation pour la mesure de l'amplitude.

Dans les méthodes dynamiques, nous recensons également les méthodes qui utilisent la **propagation d'ondes**.

Une méthode couramment utilisée pour la caractérisation des matériaux repose sur la propagation des **ondes ultrasonores**. On produit un ébranlement dans le milieu viscoélastique et l'on mesure les caractéristiques de propagation (temps de propagation et amortissement). De ces deux caractéristiques on déduit les modules complexes régissant l'équation du mouvement de la forme. L'excitation peut se faire grâce à des impulsions de tension à travers un transducteur piézoélectrique.

Elles sont très peu utilisées pour suivre les frottements internes, mais surtout pour la détermination des rigidités. Ces méthodes de propagation sont particulièrement intéressantes pour les matériaux anisotropes, car elles permettent de caractériser le matériau selon la direction matérielle.

# 2 Rhéologie des polymères

Les bases établies dans le paragraphe précédent nous permettent d'accéder plus aisément au domaine de notre étude : la rhéologie. Au niveau étymologique, rhéologie vient du grec « rhéo » qui veut dire écoulement. Au sens littéral, rhéologie se traduit comme la science de l'écoulement des matières. Historiquement, elle s'est appliquée aux fluides puis aux solides. Aujourd'hui, son domaine d'étude s'est élargi, et la rhéologie représente la science du comportement des matériaux. Elle consiste plus précisément à étudier les déformations des corps sous l'effet des contraintes qui leurs sont appliquées, compte tenu de leur variation en fonction du temps. Une part importante de cette discipline consiste à élaborer des lois ou modèles de comportement des matériaux.

## 2.1 Lois de comportement

Les propriétés des matériaux polymères sont beaucoup plus sensibles que celles des métaux aux influences extérieures, telles que la *température*, la *durée*, l'intensité et le type de chargement. Leur module d'élasticité est en général inférieur de deux ordres de grandeur environ à celui des métaux.

Le comportement spécifique des matériaux polymères est lié au fait que les macromolécules ne réagissent pas toujours instantanément à l'application d'une sollicitation. Les différentes chaînes moléculaires constitutives tentent de répartir les contraintes imposées en se réarrangeant physiquement jusqu'à atteindre une position d'équilibre. Hormis les paramètres spécifiques au matériau et les conditions extérieures, on sait que *l'histoire thermomécanique* influe souvent de manière significative sur le comportement mécanique d'un matériau.

Trois composantes de déformation peuvent être définies pour décrire la réponse mécanique des matériaux polymères à l'action d'une sollicitation extérieure :

- déformation élastique instantanée (réversible, spontanée) ;
- déformation visqueuse dépendant du temps (irréversible) ;
- déformation viscoélastique dépendant du temps (réversible en fonction du temps).

La déformation purement élastique est associée à une déformation instantanée des distances interatomiques et à une distorsion des angles de valence entre les liaisons chimiques fortes. Le comportement visqueux résulte de la mobilité réduite des chaînes les unes par rapport aux autres. Pour les déformations viscoélastiques, les molécules ou les groupes ont besoin d'un certain temps pour atteindre, par l'intermédiaire d'un réarrangement moléculaire, une déformation correspondant à la contrainte appliquée.

Le comportement typique d'un *solide élastique* s'apparente à celui d'un ressort. Lorsqu'on supprime la force qui lui était appliquée, il revient à sa position de départ : on dit qu'il y a élasticité. L'élasticité linéaire se traduit par la loi de Hooke : la contrainte ( $\sigma$ ) est proportionnelle à la déformation ( $\epsilon$ ). En une dimension, la loi de Hooke s'écrit comme suit :

$$\sigma = E \varepsilon$$

E est le module d'Young ou module d'élasticité et s'exprime en Pa.

La loi de Hooke peut également être écrite en terme de complaisance (J).

$$\varepsilon = J \sigma$$

En conséquence, la complaisance élastique J est l'inverse du module d'élasticité E.

En comparaison au solide élastique, un *fluide visqueux newtonien* soumis à des contraintes de cisaillement ( $\tau$ ) obéit à la loi de Newton :

$$\tau = \eta \frac{d\varepsilon}{dt}$$

où  $\eta$  est le coefficient de viscosité (Pa.s).

Tous les matériaux présentent, à des degrés divers, des propriétés *viscoélastiques*. Leur comportement s'apparente à la fois au comportement du solide élastique parfait et du liquide visqueux newtonien. La transition vitreuse marque une frontière entre ces deux états fondamentaux : l'état caoutchoutique dans lequel le polymère peut s'écouler en réponse à une sollicitation (liquide visqueux) et l'état vitreux pour lequel le polymère tend à être dur et cassant (Figure I- 11).

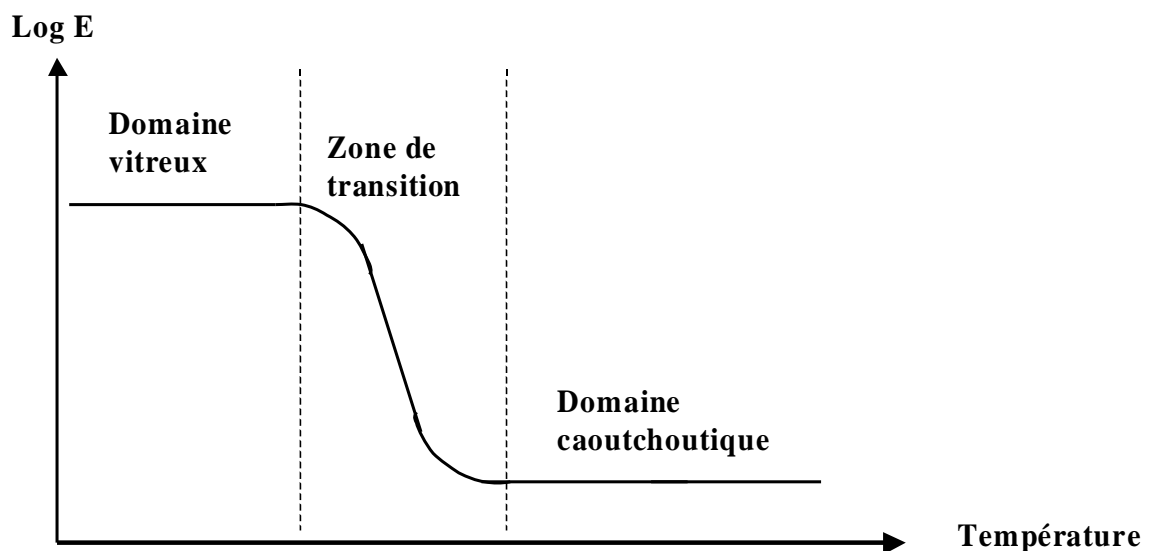
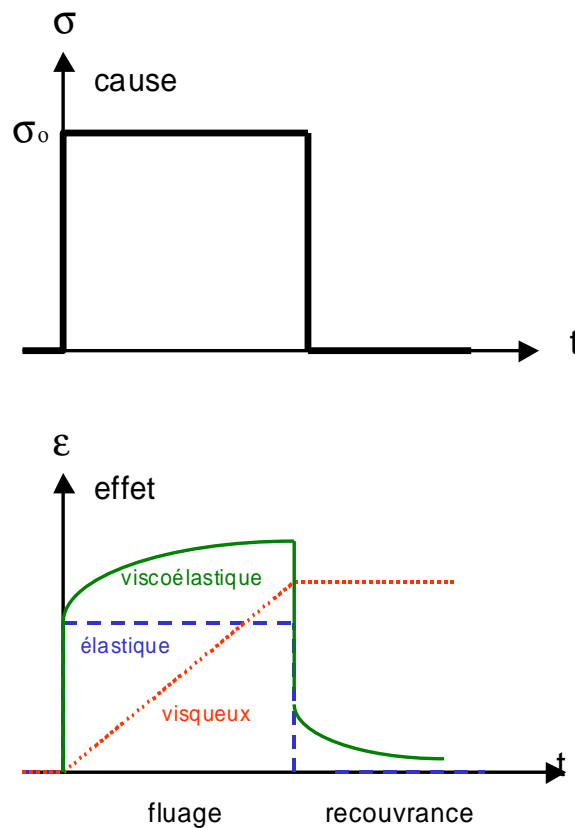


Figure I- 11 : Les domaines d'état des matériaux viscoélastiques

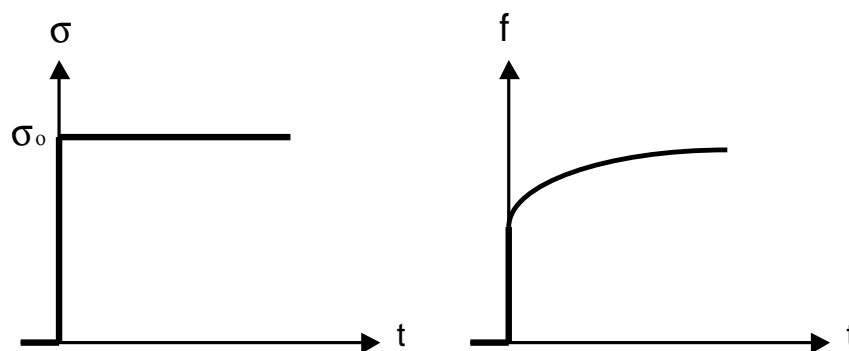
La prédiction des réponses d'un matériau soumis à une contrainte ou une déformation constante est donnée par les équations des lois de comportement (Figure I- 12). Les fonctions de fluage et de relaxation sont les fonctions essentielles en viscoélasticité linéaire.



**Figure I- 12 : Comportement des matériaux soumis à une contrainte de fluage**

Fluage :

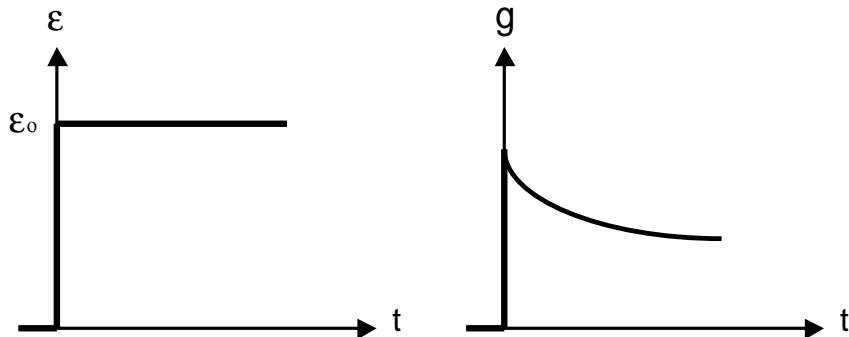
La fonction de fluage  $f(t)$  est la déformation subie par le matériau, lorsqu'on impose à ce dernier une contrainte d'amplitude unité à l'instant initial  $t = 0$ , contrainte qui est maintenue constante au cours du temps (Figure I- 13).  $\sigma_0 = 1$ .



**Figure I- 13 : Illustration d'un essai de fluage**

Relaxation :

La fonction de relaxation  $g(t)$  est la contrainte résultant de l'application d'une déformation d'amplitude unité à l'instant initial  $t = 0$ , déformation qui est maintenue constante au cours du temps (Figure I- 14).  $\varepsilon_0 = 1$ .

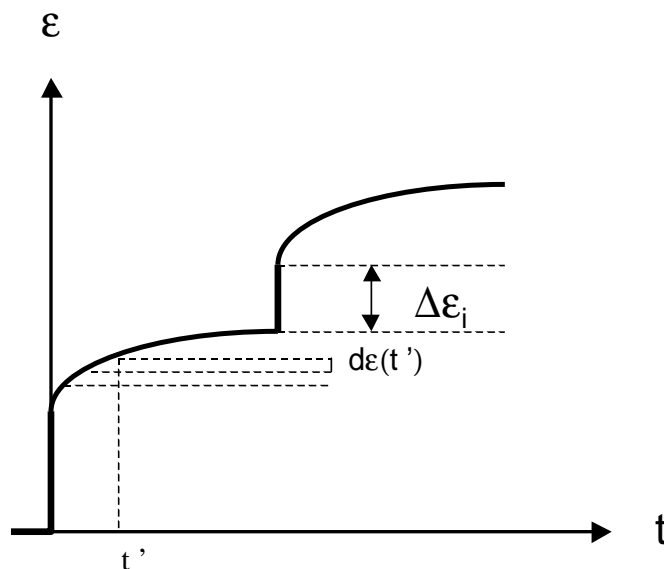


*Figure I- 14 : Illustration d'un essai de relaxation*

Les équations des lois de comportement permettent de prédire la réponse d'un matériau soumis à une sollicitation quelconque (et non plus forcément constante) pour un comportement linéaire. Elles reposent sur le principe de superposition de Boltzmann qui stipule que l'effet d'une sollicitation composée est la somme des effets des sollicitations considérées individuellement, et sur la définition des fonctions de fluage et de relaxation (Figure I- 15).

L'histoire de  $\varepsilon(t)$  peut être décomposée en une série de fonctions d'amplitudes infinitésimales  $d\varepsilon(t')\mathcal{H}(t-t')$  et d'échelons finis correspondant à des sauts  $\Delta\varepsilon_i$ .

où  $\mathcal{H}(t)$  est la fonction d'Heaviside.



*Figure I- 15 : Principe de Boltzmann*

Supposons que l'on soumette le matériau à partir de  $t = 0$  à une contrainte  $\sigma(t)$  fonction quelconque du temps. On peut alors montrer, en utilisant le principe de superposition de Boltzmann et la définition de la fonction de fluage, que la déformation s'écrit :

$$\varepsilon(t) = \sigma(t)f(0) + \int_0^t \dot{f}(t-t')\sigma(t')dt'$$

La réponse en contrainte s'écrit :

$$\sigma(t) = \varepsilon(t)g(0) + \int_0^t \dot{g}(t-t')\varepsilon(t')dt'$$

La connaissance de la fonction de fluage ou de la fonction de relaxation d'un matériau permet d'accéder à l'histoire du matériau viscoélastique.

## 2.2 Modèles rhéologiques

Le comportement mécanique de tout matériau peut être modélisé soit de manière structurale, soit de manière analogique. La modélisation structurale permet de comprendre les mécanismes responsables de la déformation liés à la nature moléculaire d'un matériau. Par contre, la modélisation analogique permet uniquement de simuler le comportement du matériau à l'échelle macroscopique, sans relation explicite avec les phénomènes à l'échelle microscopique. Les instruments les plus classiques de la modélisation rhéologique sont les modèles analogiques.

Le comportement viscoélastique linéaire est représenté en général par la construction d'un modèle constitué d'un assemblage de ressorts et d'amortisseurs. Il s'agit donc d'un modèle analogue et symbolique : tout matériau sera représenté par une association de ressorts et d'amortisseurs en série et en parallèle plus ou moins complexe. L'équation rhéologique du matériau est obtenue en utilisant les équations rhéologiques des constituants élémentaires (ressort : solide élastique parfait ; amortisseur : liquide visqueux newtonien, Figure I- 16) et en respectant les lois d'association en série et en parallèle des différents éléments.

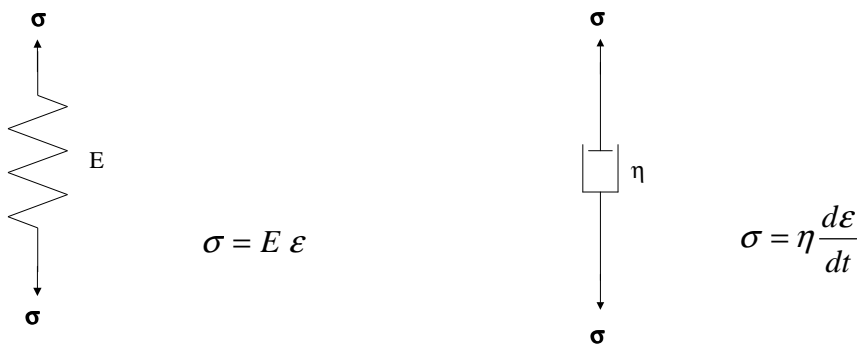
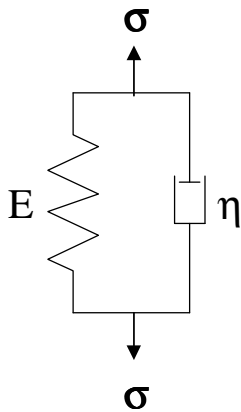


Figure I- 16 : Représentation rhéologique d'un solide élastique et d'un liquide newtonien

### 2.2.1 Modèle de Kelvin

Il est constitué par l'association en parallèle d'un ressort, de module d'élasticité  $E$ , et d'un amortisseur de coefficient de viscosité  $\eta$ . On appelle cette combinaison modèle de Kelvin (également nommé modèle de Voigt ou de Kelvin-Voigt). Il est particulièrement bien adapté pour représenter le comportement d'un solide.



Soient  $\varepsilon_1$  et  $\varepsilon_2$  les déformations,  $\sigma_1$  et  $\sigma_2$  les contraintes, respectivement dans le ressort et dans l'amortisseur :

$$\sigma_1 = E \varepsilon_1$$

$$\sigma_2 = \eta \frac{d\varepsilon_2}{dt}$$

D'après les lois d'association en parallèle, la déformation et la contrainte totales s'écrivent :

$$\varepsilon = \varepsilon_1 = \varepsilon_2$$

$$\sigma = \sigma_1 + \sigma_2$$

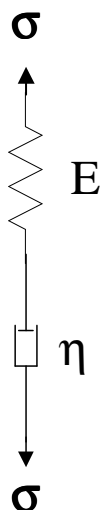
$$\text{si bien que : } \eta \frac{d\varepsilon}{dt} + E\varepsilon = \sigma$$

Il s'agit de l'équation rhéologique du solide de Kelvin-Voigt. En résolvant l'équation différentielle, on obtient l'expression de la fonction fluage :

$$f(t) = \frac{1}{E} (1 - e^{-\frac{t}{\tau}})$$

avec  $\tau = \frac{\eta}{E}$ , qui possède les dimensions d'un temps et qui est appelé temps de retard.

### 2.2.2 Modèle de Maxwell



La réponse viscoélastique d'un matériau à une sollicitation mécanique peut aussi être représentée par un modèle composé d'un ressort et d'un amortisseur montés en série. Cette représentation est plutôt réservée aux fluides.

En suivant le même raisonnement que pour l'élément de Kelvin et d'après les lois d'association en série, on obtient :

$$f(t) = \frac{1}{E} + \frac{t}{\eta}$$



### 2.2.3 Modèles généralisés

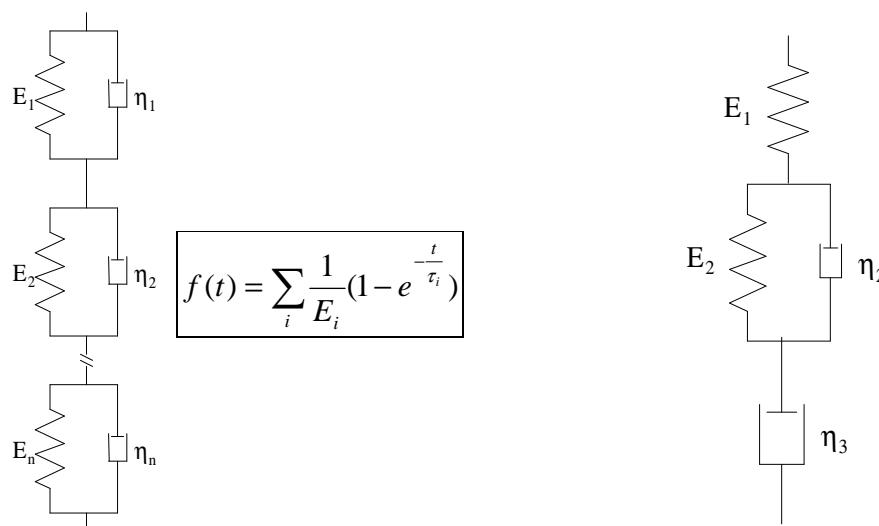
La réponse viscoélastique d'un polymère est en fait beaucoup plus complexe que celle obtenue avec les deux modèles précédents. En effet, ceci implique que toutes les chaînes doivent se réarranger de la même manière et en même temps, ce qui ne correspond pas à la réalité. Pour essayer de pallier cette insuffisance, des modèles plus sophistiqués ont été proposés, en combinant un plus grand nombre d'éléments simples.

Toutes les associations de ressorts et d'amortisseurs, aussi complexes soient-elles, correspondent à un comportement viscoélastique linéaire. A partir des lois d'association en série et parallèle, on peut établir l'équation rhéologique de chaque modèle et en déduire les fonctions de fluage et de relaxation dans chaque cas particulier.

#### Kelvin

La généralisation du modèle de Kelvin consiste en un assemblage en série d'un nombre donné d'éléments de Kelvin.

En n'utilisant que deux éléments de Kelvin et en remplaçant un de ces deux éléments par un élément de Maxwell, on obtient le modèle de Burger, bien adapté pour simuler le comportement d'une polymère thermoplastique (Figure I- 17).



**Figure I- 17 : Modèle de Kelvin généralisé (à gauche) et modèle de Burger (à droite)**

#### Maxwell-Wiechert

La généralisation du modèle de Maxwell consiste à la mise en parallèle d'un nombre donné d'éléments de Maxwell.

En n'utilisant que deux éléments de Maxwell et en remplaçant l'un de ces deux éléments par un ressort simple, on obtient le modèle de Zener, bien adapté pour simuler le comportement d'une polymère fortement réticulé (Figure I- 18).

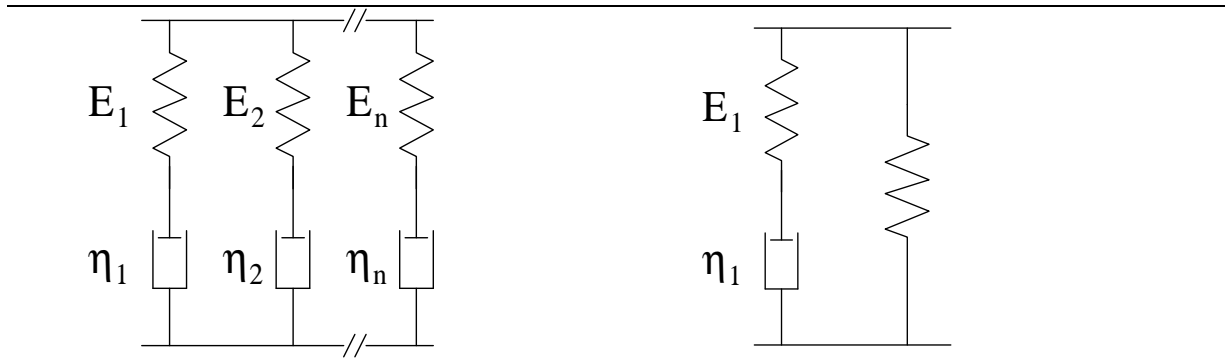
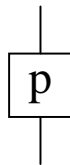


Figure I- 18 : Modèle de Maxwell-Wiechert (à gauche) et modèle de Zener (à droite)

### 2.2.4 Modèle parabolique

Il existe un autre type de modèle qui fait intervenir une loi puissance. Le modèle parabolique élémentaire est représenté par l'idéogramme suivant :



En terme de complaisance, il est défini par :  $J(t) = J_0 \cdot (1 + (\frac{t}{\tau})^p)$

avec  $0 \leq p \leq 1$

En posant  $p = 0$ , on obtient un ressort,  $p = 1$ , on obtient un modèle de Maxwell.

Les modèles rhéologiques sont constitués par la combinaison de ressorts et d'éléments paraboliques.

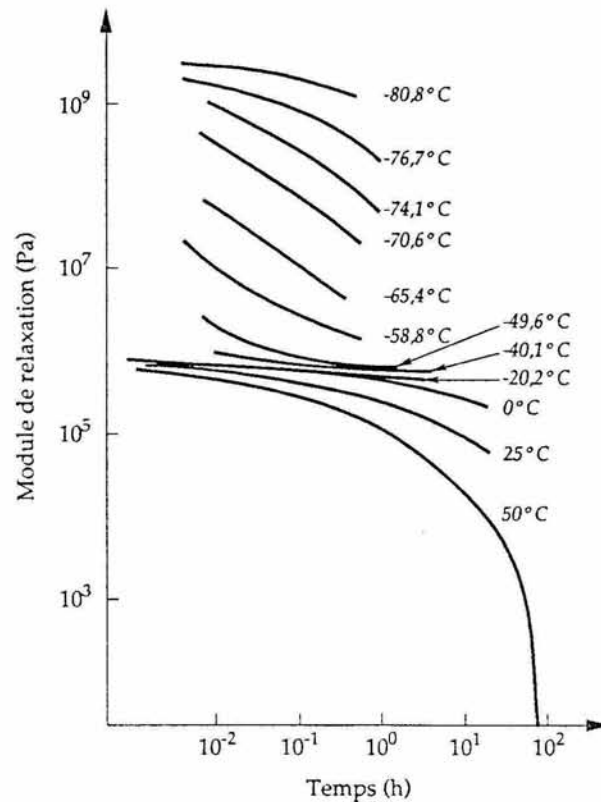
A ces modèles exponentiels et puissance, il faut ajouter des modèles logarithmiques qui ont été développés dans le cadre de la viscoélasticité non linéaire.

## 2.3 Influence de la température, activation thermique

Les propriétés mécaniques des polymères ont une double dépendance : à la durée de sollicitation d'une part et à la température d'autre part (Kausch *et al.*, 2001). H. Leaderman (1941) fut le premier à suggérer que dans un matériau viscoélastique il existe une équivalence entre le temps de sollicitation et la température. En effet, il a constaté que le comportement d'un matériau viscoélastique à température élevée pour des temps de sollicitation courts est équivalent à celui du même matériau à basse température, mais pour des temps plus longs. On parle de principe d'*équivalence temps-température* ou de *principe de superposition temps-température*.

Aux basses fréquences et aux températures élevées, les mouvements moléculaires qui contribuent à la transition sont libres, tandis qu'aux fréquences élevées et aux basses températures ils sont figés.

La méthode la plus simple pour mettre en évidence le principe de cette équivalence entre le temps et la température consiste à construire ce qu'on appelle des *courbes maîtresses*. A partir de mesures de module apparent dans un essai de relaxation  $E_0(t, \epsilon_0)$  dans des conditions isothermes, on peut alors tracer l'évolution du module en fonction du temps pour différentes températures (Figure I- 19).



**Figure I- 19 : Variation de  $E_0$  en fonction du temps à différentes températures pour du polyisobutène (extrait de Oudet, 1994, d'après Catsiff et Tobolsky, 1955).**

En choisissant une température de référence ( $T_0$ ), on peut alors construire une courbe entière par translations et superpositions successives de tous les segments de courbe obtenus à différentes températures. On appelle la courbe ainsi constituée la courbe maîtresse (Figure I- 20 et Figure I- 21).

Pour chaque translation le long de l'axe du temps d'un segment de courbe, on peut mesurer l'écart de temps pour une température donnée  $T$  par rapport à la température de référence  $T_0$  ; on appelle cette valeur le facteur de translation  $a_{T,T_0}$ .

$$E_0(T_0, t) = E_0\left(T, \frac{t}{a_{T,T_0}}\right)$$

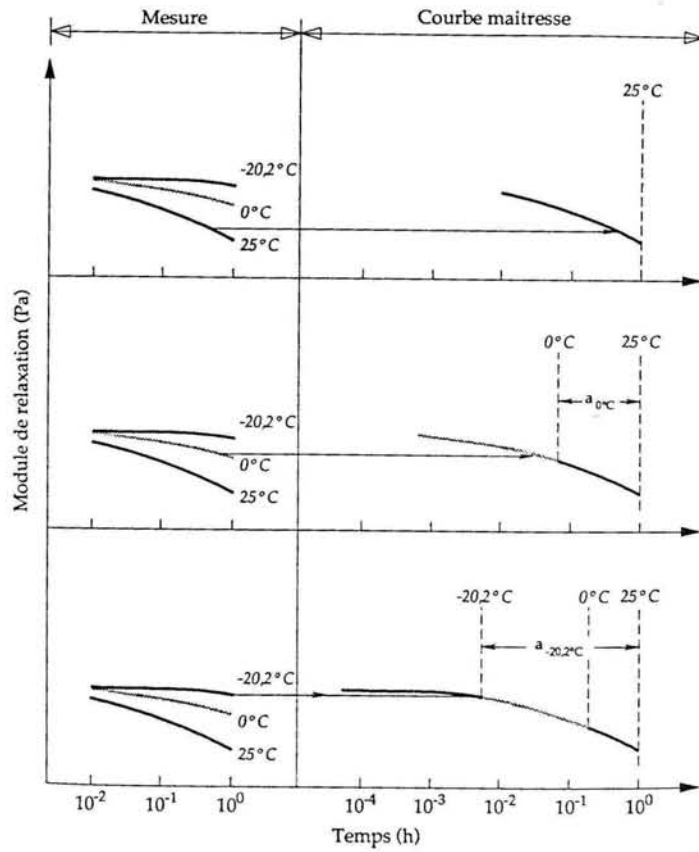


Figure I- 20 : Construction d'une courbe maîtresse à partir des données précédentes pour une température de référence  $T_0 = 25^\circ\text{C}$  (Oudet 1994).

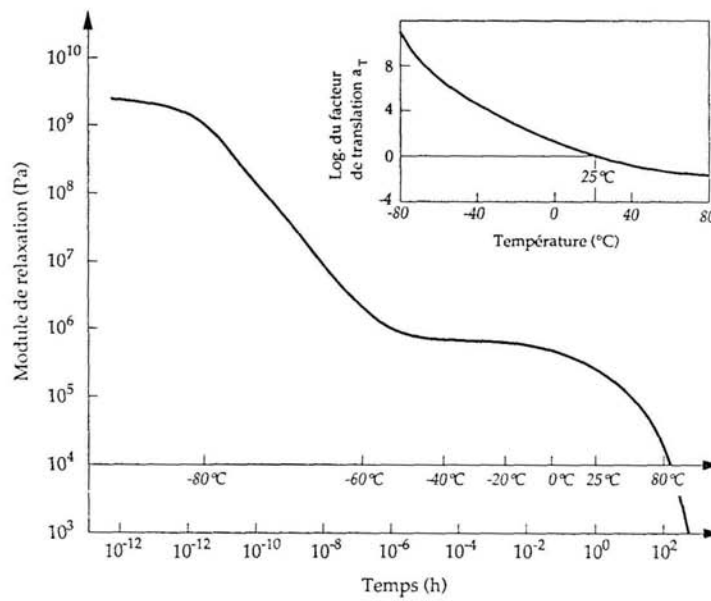


Figure I- 21 : Courbe maîtresse obtenue à partir des données précédentes. En encart, variation du facteur de translation en fonction de la température (Oudet 1994).

Toutefois, la relation n'est pas tout à fait correcte, car il faut tenir compte des variations du volume de l'échantillon avec la température et de l'influence de cette dernière sur l'enthalpie libre du système. On obtient alors :

$$E_0(T_0, t) = \frac{\rho(T_0) T_0}{\rho(T) T} E_0\left(T, \frac{t}{a_{T, T_0}}\right) \text{ où } \rho(T) \text{ et } \rho(T_0) \text{ représentent respectivement les masses}$$

volumiques pour une température donnée T et une température de référence T<sub>0</sub>. Cette correction est classiquement effectuée pour les polymères amorphes. Cette expression dérive de la théorie cinétique et sa validité pour un matériau composite tel que le bois est discutable.

Plusieurs lois peuvent être utilisées pour représenter cette relation entre le temps et la température. On distingue souvent la *loi d'Arrhénius* de la *loi WLF*.

La loi d'Arrhénius porte le nom de celui qui l'a énoncé, Svante August Arrhénius. Elle peut s'écrire de la manière suivante :

$$\frac{d \ln(f)}{d\left(\frac{1}{T}\right)} = \frac{d \ln(a_{T, T_0})}{d\left(\frac{1}{T}\right)} = \frac{-\Delta H_a}{R}$$

où ΔH<sub>a</sub> est l'énergie d'activation apparente, quantité d'énergie nécessaire pour initier la réaction (exprimée en kJ.mol<sup>-1</sup>), f la fréquence.

$$\ln a_{T, T_0} = \frac{\Delta H_a}{R} \left( \frac{1}{T_0} - \frac{1}{T} \right)$$

En 1955, L.M.Williamns, R.F.Landel, et J.D.Ferry publient un article (Williams *et al.*, 1955) qui montre que, si la température de référence est judicieusement choisie, il est possible d'obtenir une courbe de forme identique pour un grand nombre de polymères donnant la variation de a<sub>T, T<sub>0</sub></sub> en fonction de T-To. Cette relation est connue sous le nom d'*équation W.L.F.*

$$\log a_{T, T_0} = - \frac{c_1^0 (T - T_0)}{c_2^0 + T - T_0}$$

où c<sub>1</sub><sup>0</sup>, c<sub>2</sub><sup>0</sup> sont deux constantes qui dépendent de la température de référence et de la nature du polymère.

En ajustant T<sub>0</sub> de manière à superposer le mieux possible les différentes courbes, WLF se sont rendus compte qu'il existait un écart proche de 50K entre T<sub>0</sub> et T<sub>g</sub> pour les différents systèmes. Ils ont alors jugé plus opportun de prendre T<sub>g</sub> comme température de référence.

$$\log a_{T, T_g} = - \frac{C_1 (T - T_g)}{C_2 + T - T_g}$$

où C<sub>1</sub> et C<sub>2</sub> sont deux constantes corrélées au volume libre, définies comme suit :

$$C_1 = \frac{B}{2.303 f_g} \text{ avec } f_g \text{ fraction de volume libre à } T_g \text{ et où la constante B est de l'ordre de 1}$$

(Doolittle).

$$C_2 = \frac{f_g}{\alpha_f} \text{ avec } \alpha_f \text{ coefficient d'expansion volumétrique du volume libre,}$$

Par exemple, pour le polyisobutène, nous avons les valeurs suivantes :

$$C_1 = 17.44 \text{ K}^{-1}, C_2 = 51.6 \text{ K}$$

$$f_g = 0.025, \alpha_f = 4.8 \cdot 10^{-4} \text{ K}^{-1}$$

William, Landel et Ferry ont alors constaté que dans ce cas, les deux constantes  $C_1$  et  $C_2$  varient peu avec la nature du polymère et qu'en moyenne ces deux constantes sont respectivement égales à 17.4 et 51.6. Des expériences récentes et plus précises ont montré que ces constantes prévues comme étant universelles sont loin d'être universelles.  $C_1$  serait à peu près constant et  $C_2$  varierait suivant le polymère.

L'énergie d'activation apparente peut être calculée à partir de ces constantes, de la manière suivante :

$$-\left(\frac{\Delta H_a}{R}\right)_T = \left[\frac{d \ln a_{T,T_0}}{d(1/T)}\right]_T \text{ soit } \Delta H_a = 2.303R \frac{C_1 C_2}{\left(1 - \frac{T_0 - C_2}{T}\right)^2} \text{ où R est la constante des gaz}$$

parfaits.

$$\text{à } T = T_g \text{ et pour } T_0 = T_g : \Delta H_a(T_g) = 2.303R \frac{C_1}{C_2} T_g^2$$

Dans la littérature, l'utilisation de ces lois diffère d'un auteur à l'autre. On considère généralement que ces lois sont valables sur un domaine de température limité :

- pour  $T < T_g$ , le matériau est dans un état vitreux, on utilise la loi de type Arrhénius ;
- si  $T_g < T < T_g + 100\text{K}$ , la loi WLF est privilégiée. Tous les auteurs ne sont pas d'accord sur la limite de la borne supérieure, certains considèrent  $T_g + 50\text{K}$ , d'autres  $T_g + 100\text{K}$ . En fait, ce qu'il faut comprendre, c'est que cette loi est valable à peu près sur l'ensemble du plateau caoutchoutique. La largeur de celui-ci dépend évidemment de la nature du matériau ;
- enfin, pour  $T > T_g + 100\text{K}$ , nous avons affaire à une solution, on utilise à nouveau une loi d'Arrhénius.

Certains auteurs (Trotignon *et al.*, 1996) considèrent que la loi WLF s'applique pour la transition primaire d'un polymère amorphe, et que la loi d'Arrhénius est bien adaptée aux transitions secondaires.

En fait, toutes ces indications peuvent s'expliquer par le fait que la loi WLF repose en partie sur la théorie du volume libre (nous avons vu que les constantes  $C_1$  et  $C_2$  sont définies en fonction du volume libre). Aux températures inférieures à la transition vitreuse, le volume libre est indépendant de la température. La variation de mobilité avec la température sera donc déterminée essentiellement par activation thermique qui suit une loi d'Arrhénius. Au-dessus de la transition vitreuse, et si on considère que l'effet de la température sur la viscosité se fait sentir uniquement par l'intermédiaire du volume libre, on conçoit que l'équation WLF soit privilégiée.

Le principe d'équivalence temps-température est à l'origine de la notion de phénomène *thermo-activé*. Comme nous venons de le voir, cette notion permet d'écrire une relation entre les facteurs de translation (qui ont permis la construction d'une courbe maîtresse) et la température. Cette notion permet également d'écrire une relation entre la constante de temps  $\tau$  qui intervient dans les lois de comportement et la température :

- loi WLF :  $\tau(T) = \tau_0 \exp\left(\frac{c_1^0(T - T_0)}{c_2^0 + T - T_0}\right)$
- loi d'Arrhénius :  $\tau(T) = \tau_0 \exp\left(\frac{\Delta H_a}{R} \left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T_0}\right)\right)$

On parle dans ce cas de fluage ou de relaxation thermoactivés.

### 2.4 Caractérisation des propriétés viscoélastiques par les essais harmoniques

En rhéométrie, une technique de mesure très répandue consiste à faire varier la température du polymère en maintenant une déformation périodique de fréquence constante : ce sont les essais harmoniques. Déjà présentés succinctement dans la première partie de ce chapitre, nous y revenons plus en détail sous un éclairage nouveau. Ces essais constituent la base du dispositif expérimental WAVE<sup>T</sup> mis au point au laboratoire, qui sera décrit et exploité dans les parties suivantes.

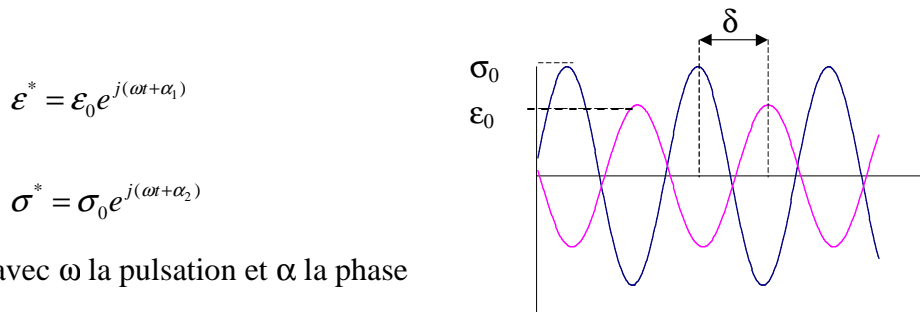
L'analyse harmonique constitue un outil beaucoup plus puissant que les essais de fluage et de relaxation. L'observation des propriétés viscoélastiques et des phénomènes de transition des matériaux dépend directement de la fenêtre temporelle. Alors que les essais statiques et quasi-statiques ne permettent que de couvrir des temps compris entre quelques secondes et plusieurs heures, les essais harmoniques peuvent s'étendre sur une plage de fréquence de plusieurs décades, indépendamment du contrôle de température. L'avantage majeur des essais harmoniques est le *découplage temps-température*.

Les essais harmoniques permettent également de s'affranchir des phénomènes de relaxation de contraintes de formation du matériau qui perturbent les mesures dans le cas d'essais quasi-statiques.

D'une manière générale, pour déterminer le comportement rhéologique d'un matériau, il est nécessaire d'établir à chaque instant une relation entre l'état de contrainte  $\sigma$  et l'état de déformation  $\varepsilon$ . Or contraintes et déformations sont des grandeurs locales. En pratique, on impose des efforts et l'on mesure des déplacements ou inversement. Le passage de l'information globale (force, déplacement) à l'information locale (contrainte, déformation) se fait moyennant certaines approximations qui dépendent du mode de déformation et de la géométrie de l'échantillon.

La particularité des essais harmoniques réside dans le fait qu'efforts et déplacements sont des fonctions sinusoïdales du temps qui possèdent la même fréquence  $f$  mais qui sont déphasées d'un angle  $\delta$  l'une par rapport à l'autre. La contrainte et la déformation sont également des fonctions sinusoïdales du temps de même fréquence  $f$  et qui présenteront le même déphasage

$\delta$  entre elles. En régime établi, la déformation et la contrainte représentent respectivement la partie réelle des fonctions complexes  $\varepsilon^*$  et  $\sigma^*$  (Figure I- 22).



**Figure I- 22 : Formulation complexe des fonctions de contrainte et de déformation**

Par analogie avec la loi de Hooke dans une direction donnée, il est possible d'écrire la relation suivante :

$$E^* = \frac{\sigma^*}{\varepsilon^*}$$

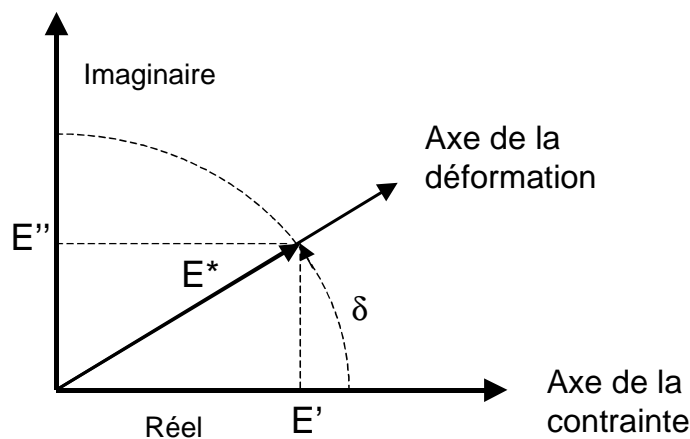
$$E^* = E_0 e^{j\delta} \quad \text{avec} \quad \delta = \alpha_1 - \alpha_2 \quad \text{et} \quad E_0 = \frac{\sigma_0}{\varepsilon_0}$$

A partir des mesures de  $\delta$  et  $E_0$ , il est possible de calculer le module de stockage ( $E'$ ) et le module de perte ( $E''$ ).

$$E^* = E' + iE'' \quad \text{avec} \quad \begin{aligned} E' &= E_0 \cos \delta \\ E'' &= E_0 \sin \delta \end{aligned}$$

Le coefficient de perte ou facteur de perte,  $\tan \delta$  (encore appelé tangente de perte), est directement relié aux propriétés viscoélastiques et s'exprime comme suit :

$$\tan \delta = \frac{E''}{E'}$$



**Figure I- 23 : Représentation du plan complexe**



Pour un solide élastique parfait, le déphasage  $\delta$  entre la contrainte et la déformation est nul. Pour un fluide newtonien, le déphasage est égal à  $90^\circ$ . Pour un matériau viscoélastique, le déphasage sera compris entre  $0^\circ$  et  $90^\circ$ . Dans le cas du bois, il dépend de la fréquence, de la température et de la teneur en eau (cf. paragraphe suivant).

Les modules de stockage et de perte s'expriment en Pascal (Pa) et sont homogènes à une densité volumique d'énergie. Lorsque l'on soumet un échantillon de volume unité à un test mécanique,  $E'$  représente l'énergie de déformation stockée et  $E''$  l'énergie de déformation dissipée. La grandeur  $\tan\delta$ , rapport des modules de perte et de stockage, est donc une mesure de la capacité d'amortissement du matériau.

Les zones de transition vitreuse ou secondaire et de ramollissement, s'accompagnent systématiquement d'une augmentation significative de la capacité d'amortissement du matériau viscoélastique.

Il peut être utile de présenter les résultats expérimentaux des corps viscoélastiques, en matérialisant la relation qui existe entre la partie réelle et la partie imaginaire du module. Ceci revient à représenter pour chaque fréquence (et éventuellement pour chaque température), les propriétés du corps par un point dans le *plan complexe* appelé aussi *plan Cole-Cole*.

L'origine de ce diagramme est inconnue. Il fut d'abord utilisé en biologie pour représenter les parts réelles et imaginaires de l'impédance complexe de la peau humaine en fonction de la fréquence et de la température. On doit son nom à deux frères Robert H. Cole et Kenneth S. Cole, qui en 1941 publient un article sur la dispersion et l'absorption dans les diélectriques (Cole & Cole, 1941). C'est à partir de cette date que le plan complexe fut baptisé ainsi, en référence à cet article et à ces auteurs. Il est aujourd'hui utilisé dans de nombreux domaines scientifiques, certainement grâce à sa capacité à mettre en évidence expérimentalement les phénomènes de relaxation.

Lorsque la fréquence (et la température) varie(nt), le point représentatif se déplace en décrivant une courbe qui est caractéristique du type de comportement rhéologique.

Les modèles rhéologiques ont des représentations simples et caractéristiques dans le plan complexe. Les modèles rhéologiques classiques sont représentés par des demi-cercles, parfois partiellement superposés, les modèles paraboliques par des arcs de cercle. Chaque demi-cercle traduit une transition du matériau.

La Figure I- 24 synthétise des données expérimentales et des données calculées à l'aide d'un modèle biparabolique et à l'aide d'un modèle de Voigt. Ces données mettent en évidence, par l'intermédiaire des « demi-cercles » deux relaxations du matériau PET dans la fenêtre thermo-temporelle. D'après les auteurs, il s'agit des relaxations  $\alpha$  et  $\beta$ .

Ce type de diagramme permet de vérifier l'équivalence temps-température. Des points obtenus à différentes fréquences et à différentes températures doivent au final former une courbe unique.

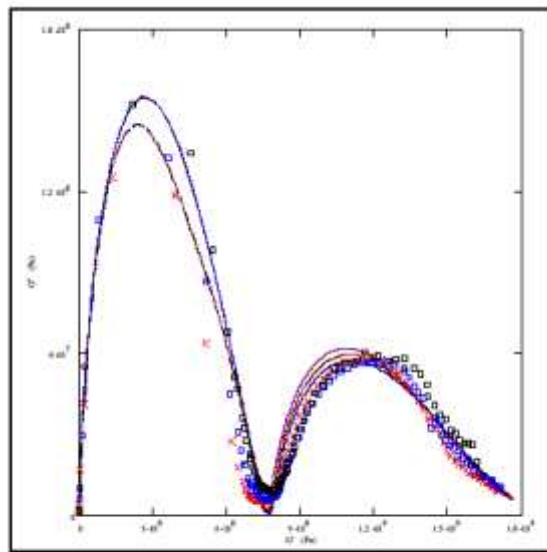


Fig. 2 :  $\beta$  and  $\alpha$  relaxation :  $G''$  versus  $G'$ , expérimental data : x 1Hz,  $\square$  0.1 Hz,  $\circ$  0.01 Hz, full lines : calculated curves with biparabolic model, dashed lines : calculated curves with Double Voigt model

**Figure I- 24 : Diagramme Cole-Cole d'un échantillon de PET (d'après les travaux de (Chabert et al. 2000))**

Par l'intermédiaire de ce plan complexe, il est possible de comparer des résultats obtenus par des essais quasi-statiques et par des essais harmoniques.

Pour cela, les relations d'Alfrey permettent de rapporter les informations issues des essais statiques au plan complexe. Les valeurs des modules complexes peuvent être approchées par une fonction de fluage ou de relaxation.

Voici par exemple, les équations d'Alfrey reliant les modules complexes à la fonction de relaxation.

$$E'(\omega) \approx g(t) \Big|_{t=\frac{1}{\omega}}$$

$$E''(\omega) \approx \frac{\pi}{2} \frac{dg(t)}{d \ln t} \Big|_{t=\frac{1}{\omega}}$$

On parle dans ce cas de **Plan Complexe Approché**.

Ce paragraphe a développé un certain nombre de notions auxquelles il sera fait référence par la suite et en particulier lors de l'interprétation des résultats expérimentaux présentés dans les derniers chapitres de cette thèse.

Le temps est maintenant venu de présenter notre matériau objet d'étude : le bois.

### 3 Présentation d'un biopolymère : le Bois

Avant d'aborder l'étude du comportement rhéologique du bois, il est nécessaire de posséder un certain nombre de données sur sa structure. La dernière partie de ce chapitre introductif s'efforce de montrer la relation entre les étapes de formation du bois, du tissu vivant jusqu'au matériau, sa structure et ses propriétés. Nous ne manquerons pas d'évoquer les trois grandeurs physiques dont dépend le comportement mécanique du bois : le temps, la température et la teneur en eau, et de citer les principaux résultats de la littérature concernant ce comportement particulier, parfois appelé thermo-hygro-viscoélastique.

#### 3.1 Structure du bois : de l'arbre à la molécule

##### 3.1.1 Anatomie du bois

Le bois est un ensemble de tissus à parois lignifiées. Dans l'arbre sur pied, le bois remplit diverses fonctions, de la conduction de la sève au soutien mécanique en passant par le stockage, l'élaboration et la transformation chimique de substances.

Les cellules, qui constituent ces tissus, sont formées au niveau de l'assise génératrice libéro-ligneuse (ou cambium), qui, comme son nom l'indique se trouve entre l'écorce et le bois. Les cellules du cambium, les cellules mères, sont capables de se diviser et ainsi de donner naissance à des cellules filles qui se divisent aussi afin de produire des cellules spécialisées pour assurer les divers rôles remplis par le bois.

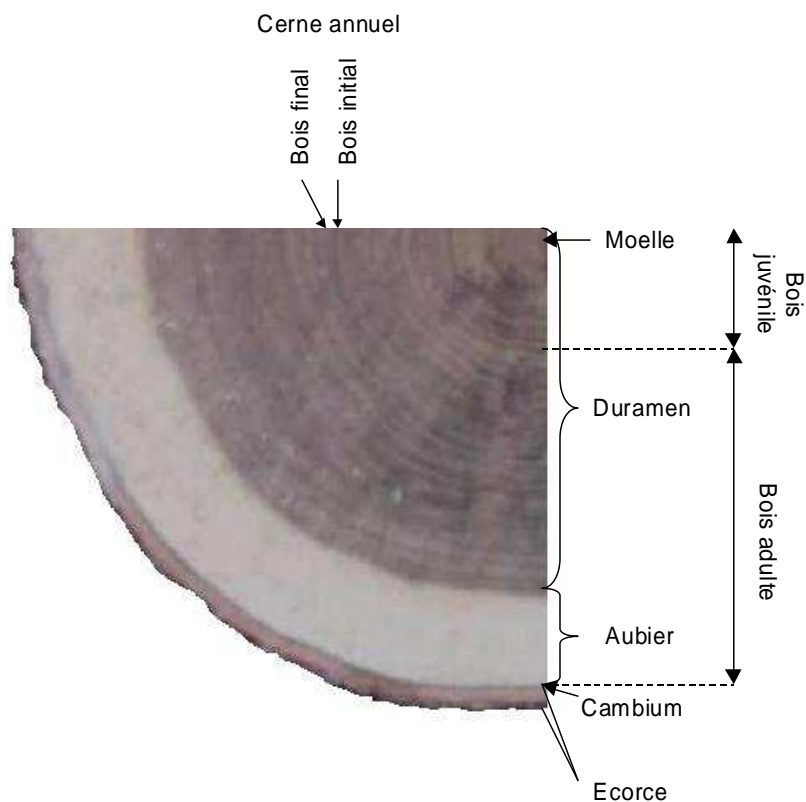


Figure I- 25 : Coupe transversale d'un quartier de billon de Chêne

On distingue l'aubier, zone fonctionnelle du bois, du duramen (ou bois parfait ou encore « bois de cœur ») où les cellules sont mortes (Figure I- 25).

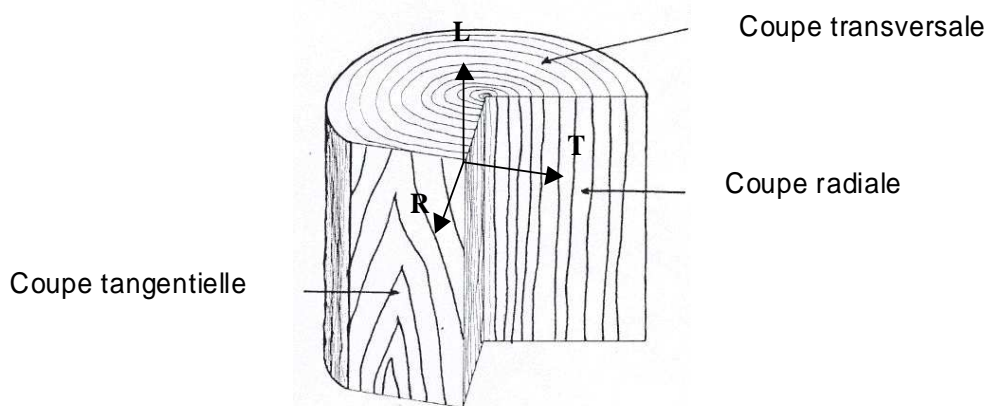
Chez les espèces tempérées, le rythme de fonctionnement du cambium est variable selon la saison, l'espèce, la nature des sols... Il se traduit par des limites entre les accroissements annuels, appelées limites de cerne. Pour la plupart des essences on peut différencier le bois initial (ou bois de printemps) du bois final (ou bois d'été) (Figure I- 27 et Figure I- 28).

Les cernes proches de la moelle présentent chez toutes les espèces des caractéristiques singulières. On désigne par « bois juvénile » l'ensemble de ces cernes.

Outre cette croissance en largeur, le bois présente une croissance en hauteur qui est assurée par des méristèmes primaires. Ainsi, il est commode d'étudier l'anatomie du bois à partir de trois coupes qui donnent une vue d'ensemble de la structure et qui font ressortir les caractères morphologiques de l'espèce. Ces trois coupes perpendiculaires permettent de caractériser ce qu'on appelle le plan ligneux (Figure I- 26). Chaque essence de bois possède un plan ligneux spécifique. Il s'agit des coupes :

- **transversale**, perpendiculaire à l'axe de la tige,
- **radiale**, dans un plan passant par la moelle,
- **tangentielle**, dans un plan excentré et parallèle à l'axe de la tige.

Les trois directions (RTL) représentent les directions d'anisotropie du bois pour un grand nombre de ses propriétés physiques et mécaniques.



**Figure I- 26 : Les trois plans de référence du bois**

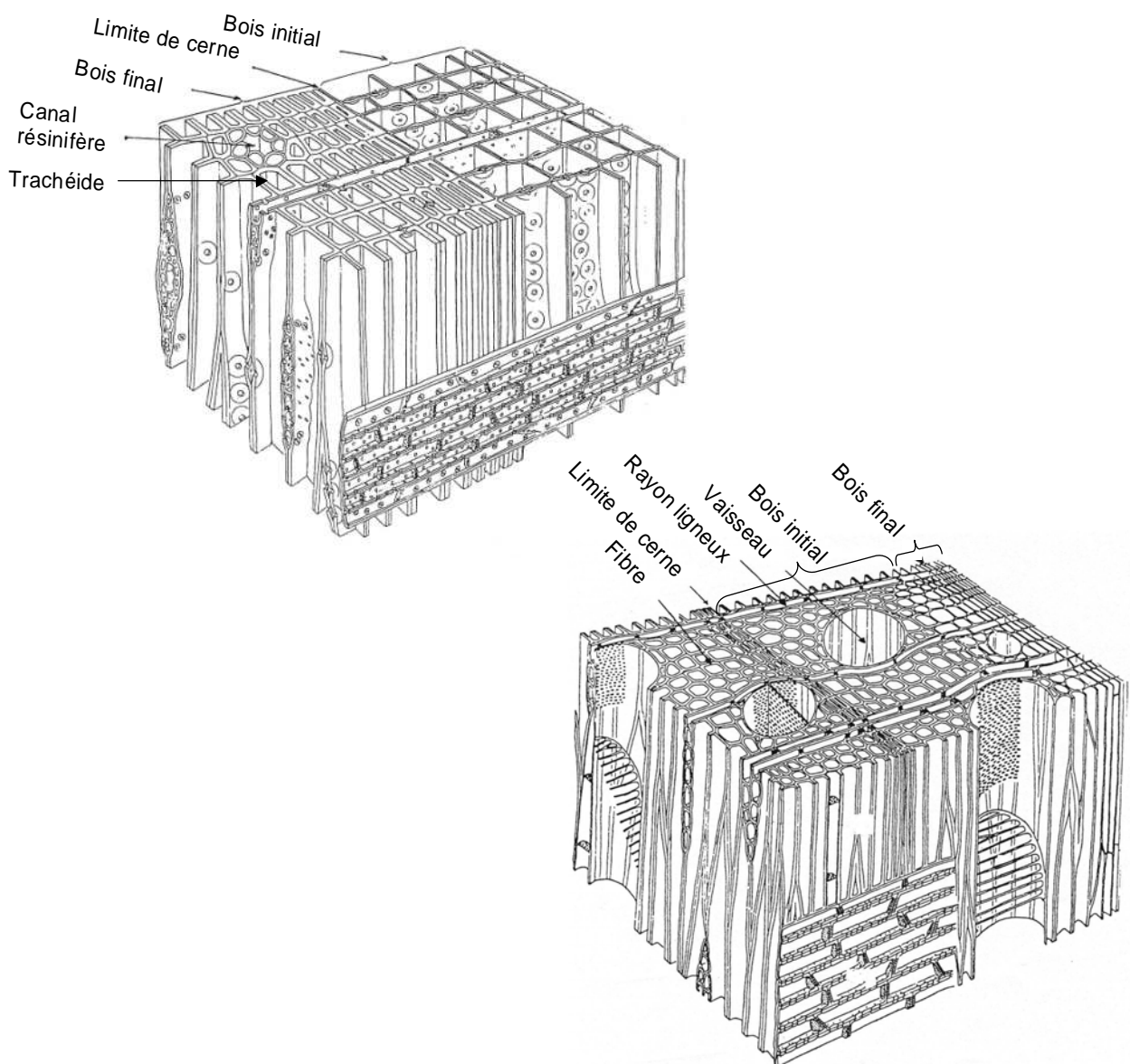
Le plan ligneux des résineux (Gymnospermes) est fondamentalement différent de celui des feuillus (Angiospermes) (Figure I- 27). Les résineux présentent une organisation relativement simple, uniforme et régulière. Le bois est constitué de deux principaux types de cellules, les trachéides et les cellules de parenchyme. Les trachéides assurent les fonctions de conduction de la sève et de soutien mécanique de l'arbre : on parle de bois homoxylé.

Les feuillus sont des espèces botaniques plus évoluées que les résineux. En effet, leurs cellules sont plus spécialisées et donc la structure du bois est plus complexe. Deux types de cellules assurent le rôle rempli, chez les résineux, par les trachéides, il s'agit des éléments de

vaisseaux spécialisés dans le transport de la sève brute et des fibres qui assurent le soutien mécanique. On parle de bois hétéroxylé.

Bien entendu, nous avons évoqué jusqu'ici, seulement les éléments principaux et il existe d'autres éléments dans le bois plus ou moins importants ou anecdotiques, présents ou non selon l'espèce. Il s'agit des canaux résinifères de certains résineux, des canaux sécréteurs de certains feuillus, du parenchyme (spécialisé dans la gestion des réserves), des trachéides vasculaires...

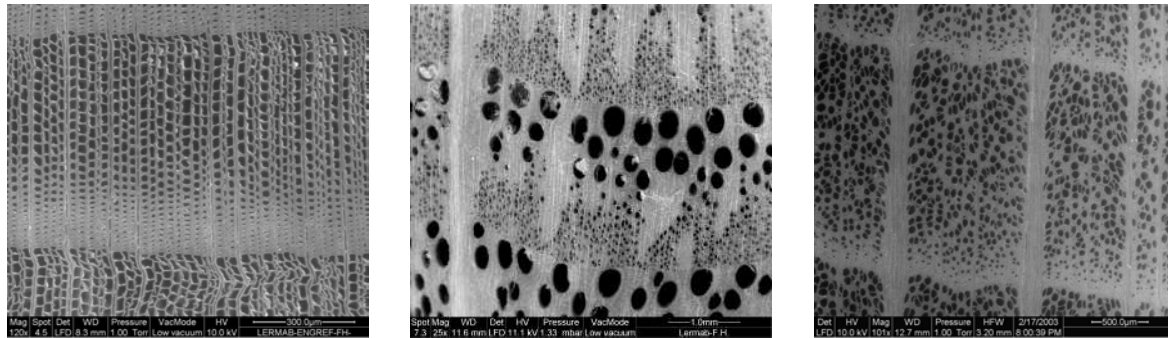
Les cellules du parenchyme orientées dans la direction radiale forment ce qu'on appelle les rayons ligneux. Leur largeur varie de une à plus d'une cinquantaine de cellules en fonction de l'espèce. Initialement utilisés pour la conduction de la sève élaborée dans le bois vivant, leur disposition plus ou moins régulière en fait, au niveau du matériau, des éléments de renforcement mécanique dans la direction radiale.



**Figure I- 27 : Plan ligneux typique des résineux (en haut à gauche) et des feuillus (en bas à droite)**

Chez les feuillus, en climat tempéré, la taille et la répartition des vaisseaux au sein des cerne sont variables. On distingue :

- les feuillus à Zone Initiale Poreuse (ZIP), comme le Chêne par exemple, où les pores sont nombreux et gros dans le bois de printemps et rares et petits dans le bois d'été ;
- les espèces homogènes (à pores diffus), comme le Hêtre, où les pores sont répartis de manière à peu près homogène dans l'ensemble du cerne ;
- les espèces à Zone Semi-Poreuse (ZSP), comme le Peuplier, pour lesquelles la répartition des pores est intermédiaire entre les deux systèmes décrits précédemment.

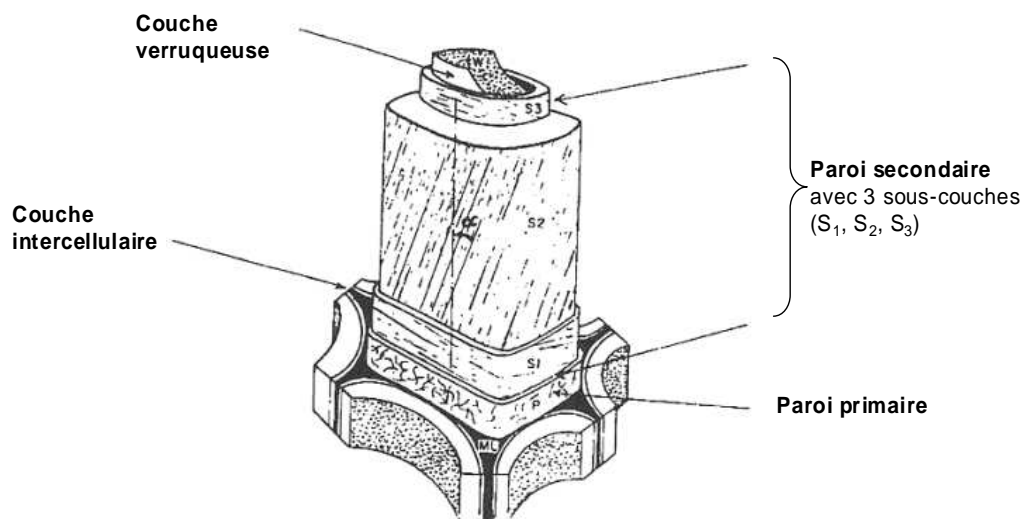


**Figure I- 28 : Coupe transversale de quelques essences : Sapin, Chêne et Hêtre de gauche à droite (ESEM, LERMAB, Clichés F.Huber)**

La Figure I- 28 permet de distinguer aisément les limites de cerne ainsi que la transition entre le bois final et le bois initial qui est plus ou moins marqué en fonction des espèces. Pour les feuillus les différences entre espèces à ZIP et à pores diffus sont flagrantes.

### 3.1.2 Structure de la paroi cellulaire

La constitution du bois résulte d'un phénomène d'empilement de couches de cellules à l'intérieur de l'assise génératrice. Les cellules ligneuses sont elles-mêmes composées de plusieurs couches et sous-couches. On distingue généralement une couche intercellulaire, d'une paroi primaire et d'une paroi secondaire (Figure I- 29).



**Figure I- 29 : Représentation schématique des couches constituant la paroi cellulaire (extrait de (ARBOLOR 1994) d'après (H.A. Core, W.A. Côté, A.C. Day, 1979))**

La couche intercellulaire est une fine membrane qui soude les cellules les unes aux autres. La paroi primaire est constituée de plusieurs couches de microfibrilles de cellulose enchevêtrées dans lesquelles se sont déposés, au cours de la différenciation, de la cellule de la lignine, des substances pectiques et des hémicelluloses.

Par sa structure et son volume, la paroi secondaire constitue la partie de la cellule la plus résistante mécaniquement. Elle présente une structure en sous-couches, le plus souvent au nombre de trois :

- ***couche externe S1***

Sa structure est lamellaire, elle représente 5 à 10% de l'épaisseur totale de la membrane, son épaisseur varie de 0.1 à 0.35  $\mu\text{m}$ . Les microfibrilles de cellulose sont disposées en hélice avec une orientation variable et alternée. Cette structure en réseau croisée explique en partie la forte résistance à la traction transversale et le retrait dans le sens longitudinal.

- ***couche centrale S2***

C'est la partie la plus volumineuse de la paroi. Elle est formée d'une organisation dense de lamelles de microfibrilles de cellulose, en hélices parallèles, dont l'angle ( $\alpha$ ) par rapport à l'axe de la cellule est compris entre 5 et 30°. L'épaisseur de S2 varie de 1 à 10  $\mu\text{m}$  et représente ainsi 75 à 85% de l'épaisseur totale de la paroi cellulaire.

- ***couche interne S3***

La couche S3 est relativement mince, elle est aussi constituée de plusieurs microlamelles où les microfibrilles sont moins parallèles et dont l'angle est élevé.

### 3.1.3 Organisation macromoléculaire et composition biochimique

Nous l'avons vu, les parois cellulaires sont essentiellement constituées de substances macromoléculaires : cellulose, hémicelluloses et lignines. Elles représentent pour les bois tempérés environ 98% du matériau.

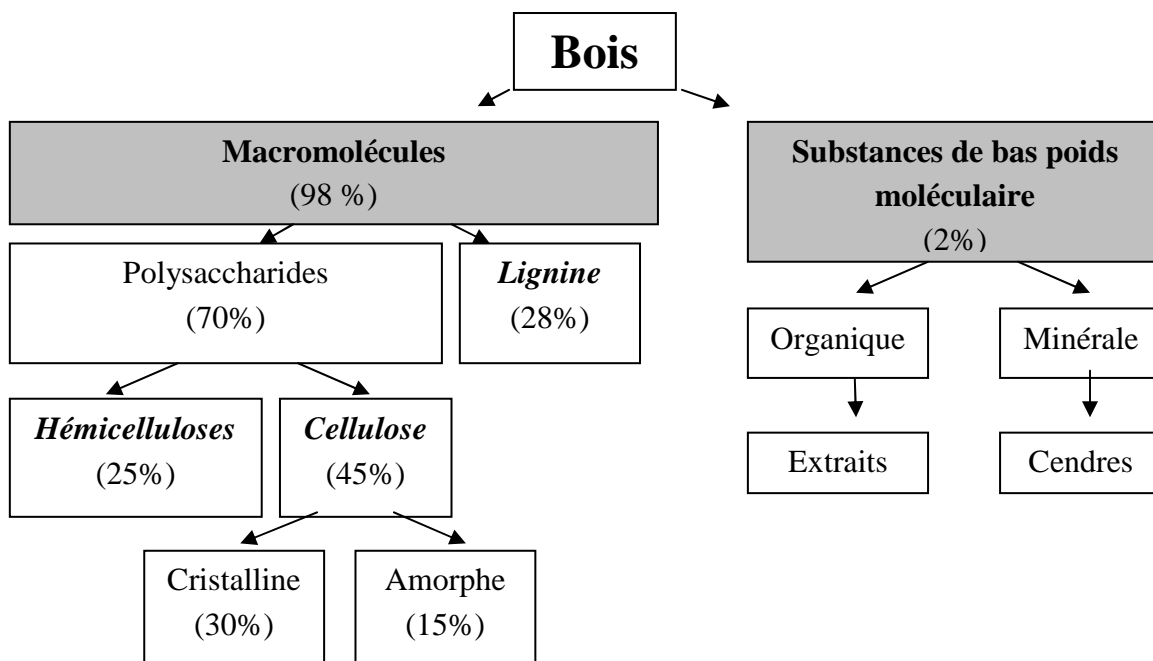
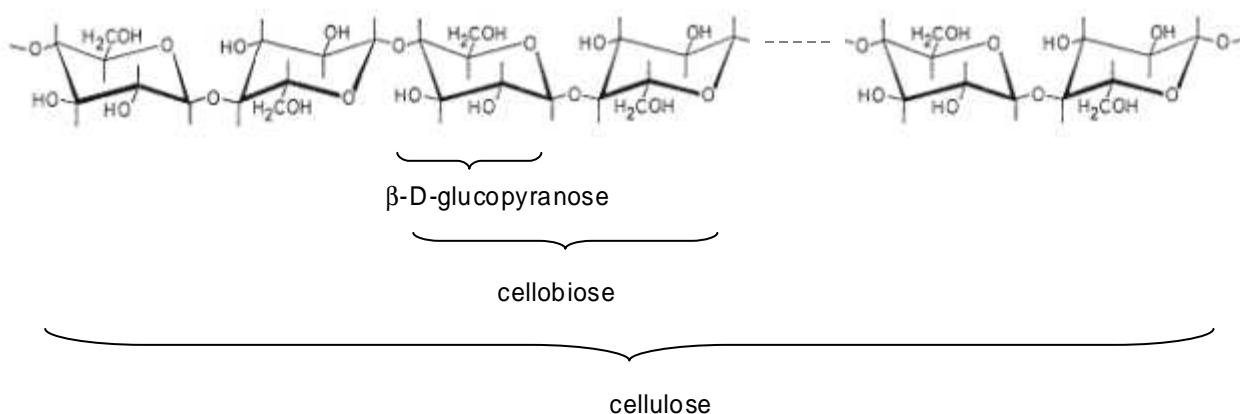


Figure I- 30 : Composition biochimique du bois

Les autres substances, de faible poids moléculaire, sont des extraits et substances minérales présentes en proportion variables selon l'espèce du bois (Figure I-30).

La **cellulose** représente le principal constituant structural des parois cellulaires végétales en raison de ses propriétés physiques et chimiques et aussi par sa structure supramoléculaire. C'est la structure de base des cellules végétales.

La cellulose est un homopolymère, dont l'unité de base est le glucose, ou plus exactement un dimère du glucose, la cellobiose. Les unités sont liées par liaison  $\beta 1 \rightarrow 4$  glycosidiques. Le degré de polymérisation (en glucose) peut atteindre 15000.



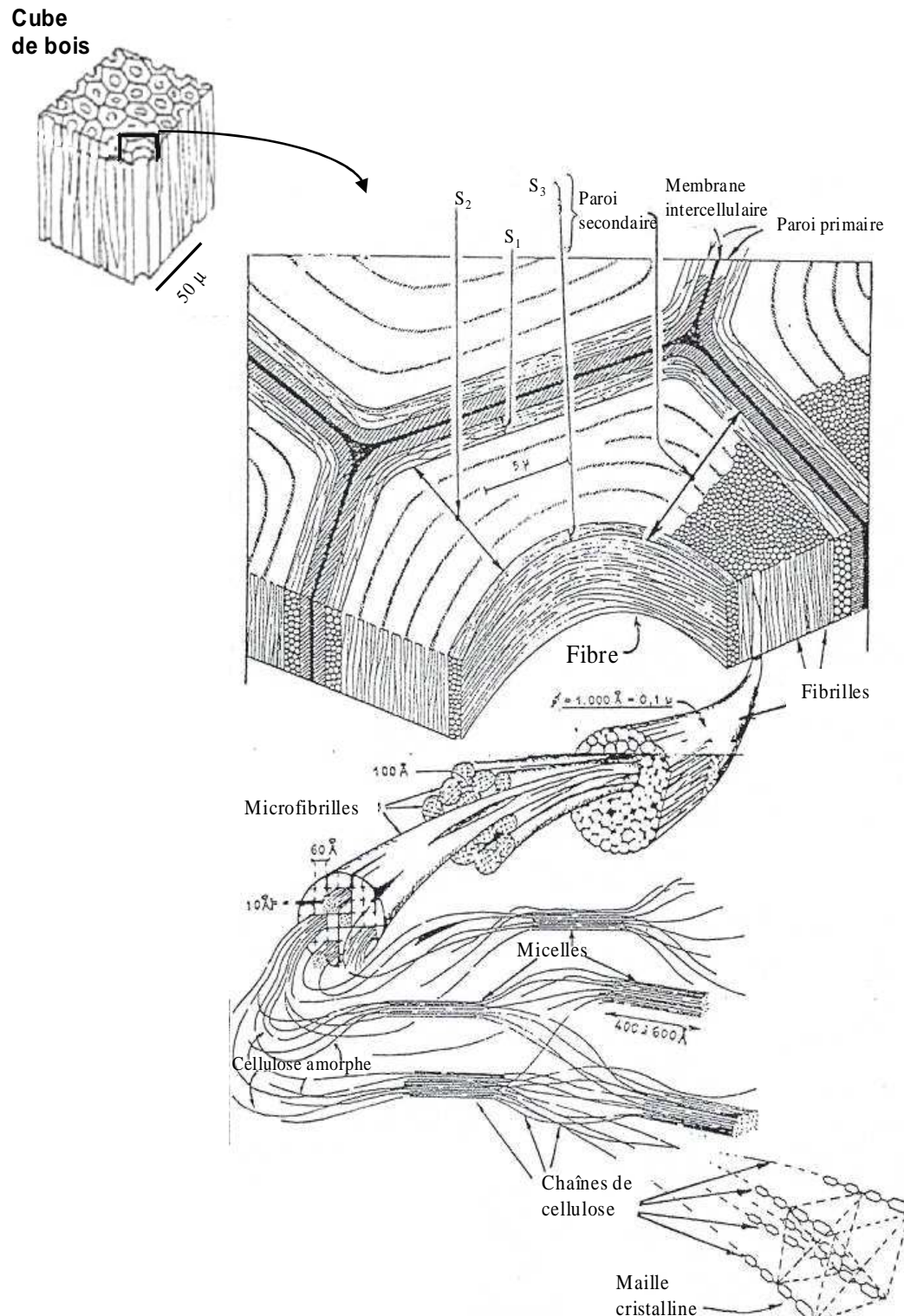
**Figure I- 31 : Formule stéréochimique de la cellulose**

Des liaisons secondaires peuvent se former entre les groupes hydroxyles de la chaîne. Ces liaisons, intra ou inter moléculaires peuvent être irrégulières et aléatoires ou bien ordonnées et conduire à une structure cristalline. La section de la cellulose cristalline est alors quasi rectangulaire (Figure I- 32).

De nombreux modèles ont été proposés afin d'illustrer l'organisation supramoléculaire de la cellulose et en particulier la répartition de la cellulose amorphe et de la cellulose cristalline. Parmi les plus connus, on peut citer la théorie de Nägeli, le concept de Roberston et Staudinger, Marchessault, Fengel, Kerr & Goring...

Bien sûr, les liaisons hydrogènes n'existent pas seulement entre les groupements OH de la cellulose mais aussi entre les OH de l'eau et de la cellulose, nous y reviendrons un peu plus tard.





**Figure I- 32 : Structure supramoléculaire de la cellulose : des chaînes cellulosiques à la paroi (d'après les travaux de Frey-Wyssling)**

Dans le bois, les *hémicelluloses* sont intimement liées à la cellulose. Les hémicelluloses sont des polyoses, dont les unités sont représentées par des pentoses, des hexoses, des acides

hexauroniques et des désoxyoses. Ils diffèrent de la cellulose par des chaînes moléculaires beaucoup plus courtes et par des ramifications sur la chaîne principale.

La teneur et la composition en polyoses varient en fonction des essences. On distingue différents types d'hémicelluloses : les xylanes (Figure I- 33), les mannanes, les glucanes, les galactanes et les pectines.

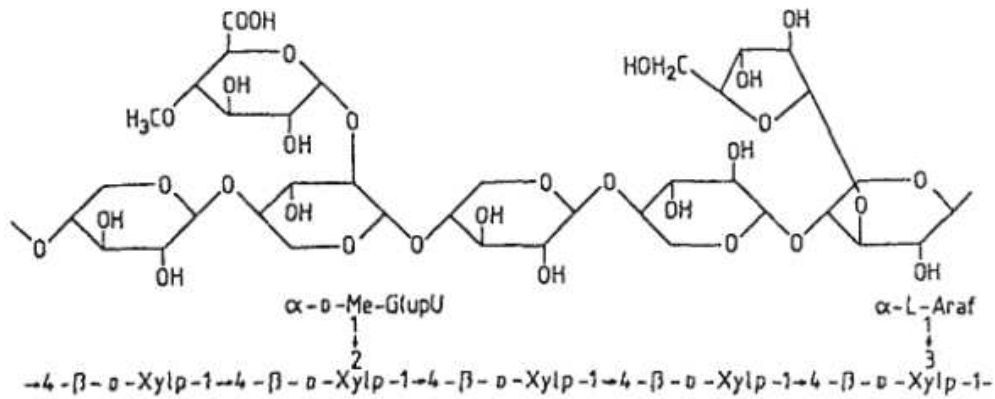


Figure I- 33 : Structure chimique partielle d'un Xylane de résineux

La **lignine** accroît la résistance mécanique du bois. Sa teneur est variable en fonction des essences, elle varie normalement entre 20 et 40%. La distribution de la lignine dans l'arbre et au sein de la paroi cellulaire n'est pas homogène. La lignine est un polymère polyphénolique branché, constitué d'unités répétitives régulières et ordonnées. Les unités primaires sont les alcools phénoliques p.coumarylique, coniférylique et sinapylique. C'est un des polymères naturels les plus difficiles à maîtriser au niveau de sa structure et de son hétérogénéité.

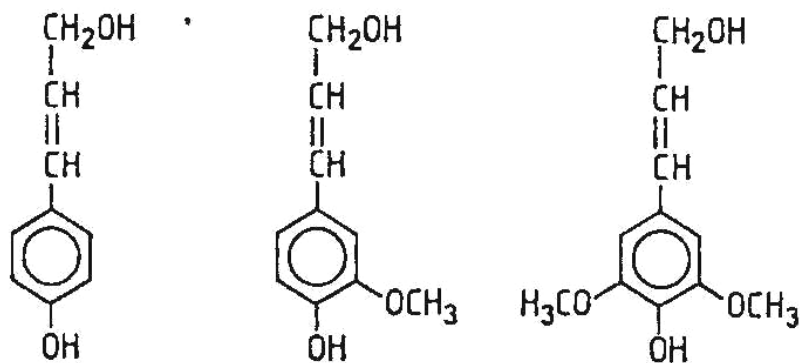


Figure I- 34 : Les unités constitutives de la lignine (alcools p.coumarylique, coniférylique et sinapylique)

On distingue trois types d'unités dans la lignine : G pour guaiacyles, S pour syringyles, et H pour parahydroxyphéniles. Il est bien connu que les lignines des résineux et des feuillus se différencient par leur teneur en unités G, S et H (essentiellement G chez les résineux, G-S chez les feuillus). La variabilité de la composition est plus grande chez les feuillus, la teneur

en unités GS varie entre 20 et 60%. La composition de la lignine est très influencée par l'âge de l'arbre et par sa localisation dans l'arbre et en particulier en fonction de sa situation dans la paroi.

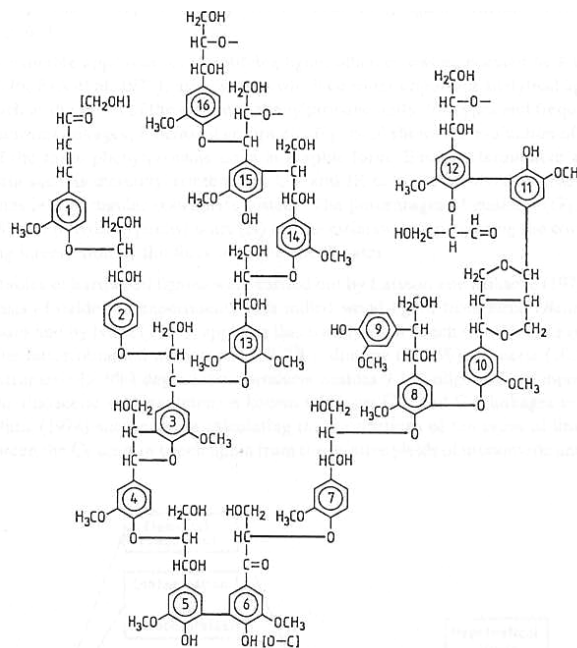


Figure I- 35 : Schéma de la structure de la lignine des résineux d'après (Alder 1977)

La lignine n'est pas simplement déposée entre les polysaccharides des parois cellulaires, mais elle y est associée, outre par des liaisons faibles (liaisons hydrogènes et de Van der Waals), par des liaisons covalentes. Ces liaisons se feraient entre les lignines et les hémicelluloses essentiellement par trois types de liaisons : benzyl ester, benzyl ether, phényl glycosidique. La lignine peut être décrite de manière imagée comme étant la « colle » du bois.

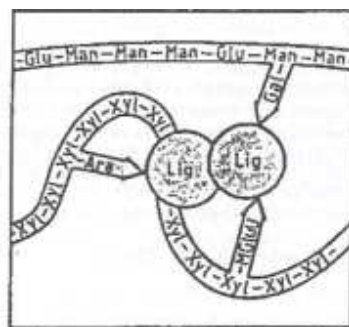


Figure I- 36 : Schéma des interactions possibles entre les hémicelluloses et la lignine (extrait de (ARBOLOR 1994))

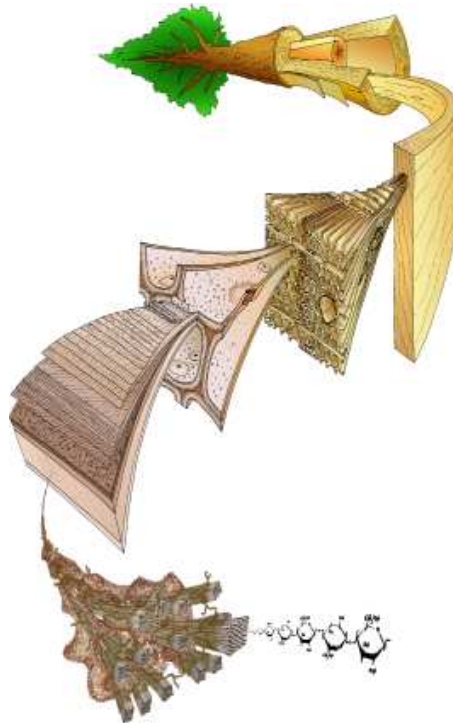
Un polymère est dit hétérogène lorsqu'il est constitué au minimum de deux composés organiques de nature chimique différente, dont l'un au moins est un matériau polymère qui assure la cohésion du système. Les différents constituants sont liés entre eux, soit chimiquement, soit physiquement (Erhenstein et Montagne, 200).

En s'appuyant sur cette définition et sur la description de l'organisation macromoléculaire du bois que nous venons de faire, nous pouvons affirmer que le bois est un **polymère hétérogène**.

## 3.2 L'eau et les propriétés physico-mécaniques du bois

### 3.2.1 Les relations structure-propriété dans le bois

La structure anatomique et biochimique très particulière du bois confère à ce matériau un certain nombre de propriétés physico-mécaniques intéressantes. Dans cette partie 3.2, nous allons principalement nous intéresser aux effets de l'eau sur les propriétés physico-mécaniques du bois.



*Figure I- 37 : Bois et échelles (dessin d'après Harrington)*

Selon l'échelle utilisée pour l'étudier (Figure I- 37), le bois peut être considéré comme un :

- milieu continu et homogène à l'échelle de la tige ou d'une poutre
- multicouche orthotrope à l'échelle macroscopique
- matériau cellulaire à l'échelle microscopique
- multicouche à l'échelle pariétale
- composite à fibres au niveau de la matière des couches de la paroi
- polymère hétérogène semi-cristallin à l'échelle moléculaire

### 3.2.2 L'eau dans le bois

Le bois est un matériau hygroscopique, sa teneur en eau évolue en fonction du degré d'humidité de l'air ambiant avec lequel il est en contact. Le bois peut contenir de l'eau sous deux formes : l'eau libre et l'eau liée. L'eau libre remplit les vides cellulaires, elle est retenue au sein du bois par des mécanismes de pression capillaire. D'autre part, la structure

macromoléculaire et en particulier les groupes hydroxyles des polysaccharides, fortement hydrophiles, peuvent accueillir des molécules d'eau, qui se lient par liaisons faibles (liaisons hydrogènes et de Van der Waals), c'est l'eau liée (Figure I- 38).

Alors que les propriétés thermodynamiques de l'eau libre (ou eau capillaire) sont très proches de celle de l'eau liquide, celles de l'eau liée, différentes de celles de l'eau pure, varient en fonction de la teneur en eau. La plupart des propriétés du bois, qui ne sont que très peu sensibles à la quantité d'eau capillaire, évoluent largement en fonction de la teneur en eau liée.

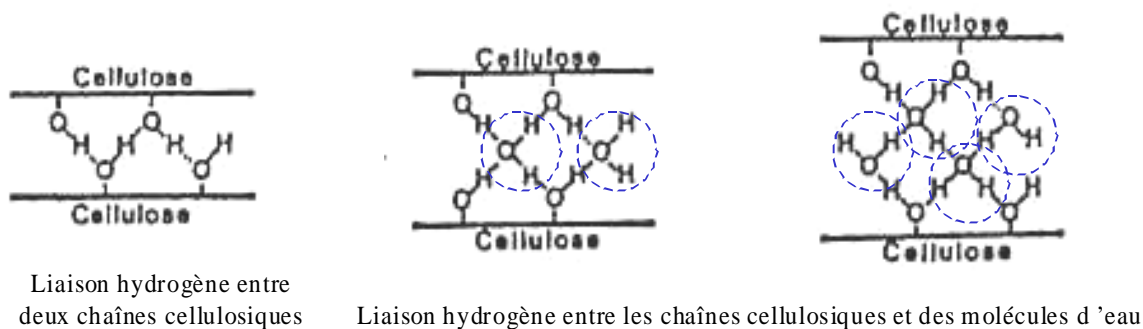
Dans le bois, l'eau est liée au niveau de sites spécifiques comme les groupes hydroxyles des carbohdrates et de la lignine ou encore au niveau de groupes polaires (acides carboxyliques ou sulphoniques). Berthold *et al.*, 1995, ont montré que les molécules d'eau adsorbée au niveau des groupes polaires présentent des liaisons plus fortes que celles liées en périphérie.

On distingue également quelquefois dans l'eau liée la « non-freezing bound water » de la « freezing bound water ». La « non-freezing bound water » resterait sous forme liquide dans la paroi cellulaire à des températures bien inférieures à 0°C (-15°C). Cette eau resterait mobile pour ces niveaux de température (Berthold *et al.*, 1995).

### 3.2.3 L'eau un agent de gonflement et un plastifiant

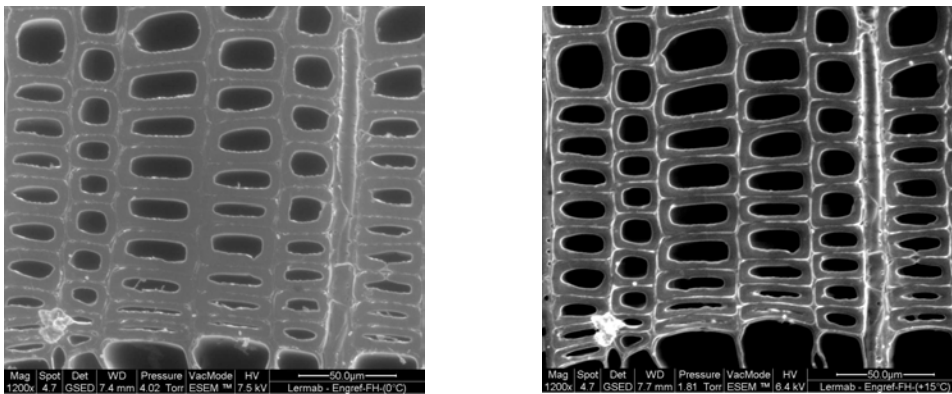
#### 3.2.3.1 Retrait et gonflement

L'insertion des molécules d'eau dans les parois cellulaires entraîne le gonflement du bois (Figure I- 38 et Figure I- 39). De la même manière le séchage aboutit au retrait du bois.



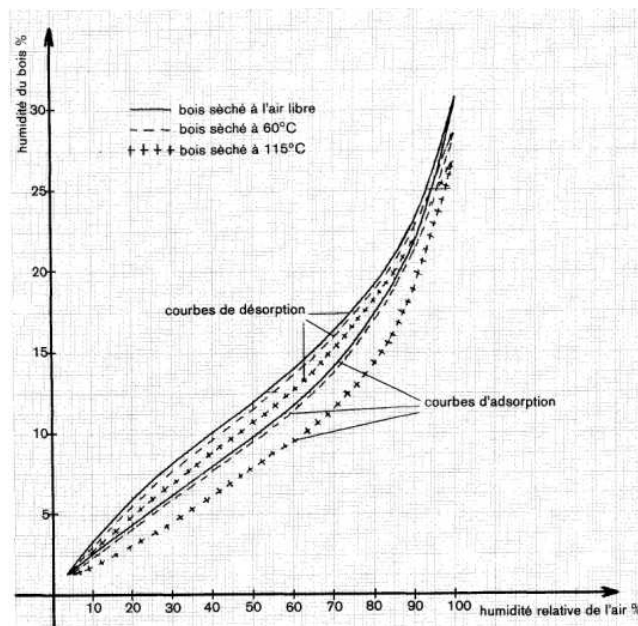
**Figure I- 38 : Liaison de l'eau avec les chaînes cellulosiques**

Il existe une humidité importante dans le bois qui correspond à la saturation des parois cellulaires en eau, il s'agit du Point de Saturation des Fibres (PSF). Au-delà de ce PSF, l'eau remplit alors les vides cellulaires. L'intégration de l'eau libre n'entraîne pas de gonflement du bois. Ces phénomènes de retrait-gonflement diffèrent selon la direction matérielle, du fait de la forte anisotropie du bois.



**Figure I- 39 : Vues microscopiques d'un échantillon de bois final de Sapin à différentes teneurs en eau. A gauche, l'échantillon est saturé en eau, à droite sa teneur en eau se situe en dessous du PSF (ESEM, LERMAB, clichés F.Huber).**

Plusieurs travaux ont mis en évidence une différence notable entre les phénomènes d'adsorption et de désorption. On constate qu'il existe une hystérésis entre les courbes d'adsorption et de désorption.

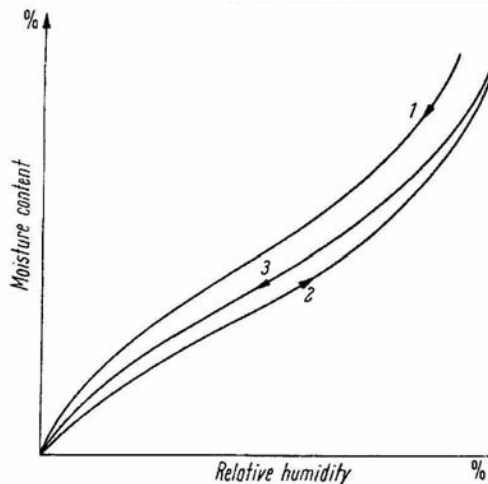


**Figure I- 40 : Courbes de sorption du Pin sylvestre (d'après K.Egner cité dans (Joly 1980))**

La Figure I- 40 met en évidence le phénomène d'hystérésis : les valeurs de désorption sont supérieures aux valeurs d'adsorption. On constate également que l'écart entre la perte et la reprise d'eau est beaucoup plus important pour des bois séchés à haute température.

La limite supérieure du domaine hygroscopique détermine la valeur du PSF. A 20°C, quelle que soit l'espèce, la valeur du PSF est proche de 30%.

Le premier séchage du bois n'a pas les mêmes caractéristiques que les suivants. Il est donc extrêmement important de différencier le bois vert du bois réhumidifié. La Figure I- 41 illustre ce propos.



**Figure I- 41 : Isothermes de sorption de fibres cellulosiques (d'après Hermans cité dans Kollman & Côté)**

### 3.2.3.2 Influence de la teneur en eau sur le comportement mécanique, activation hydrique

Du point de vue rhéologique, l'intégration de ces molécules d'eau au sein des macromolécules joue un rôle extrêmement important : un rôle **plastifiant**. Les molécules d'eau agissent donc à la fois comme des agents de gonflement et comme des plastifiants.

Les plastifiants comme l'eau se manifestent généralement par trois propriétés essentielles :

- apparition d'un pic de frottement intérieur propre au plastifiant,
- translation de la température de transition vitreuse vers des températures plus basses ;
- accroissement de la valeur du frottement interne et chute de la rigidité.

L'incorporation de molécules d'eau permet d'augmenter la distance entre les chaînes de polymères et par la même occasion d'augmenter le volume libre. L'énergie nécessaire à la reptation des chaînes est moins importante qu'en absence d'eau, la température de transition est abaissée.

Comme on peut parler d'**activation thermique**, on parle d'**activation hydrique**.

La sorption d'eau par le matériel ligno-cellulosique a une grande influence sur les propriétés physiques du bois telles que le ramollissement (Salmén 1996). L'adsorption se fait en grande partie au niveau des groupes hydroxyles des carbohydrates et de la lignine. De nombreuses équipes se sont intéressées aux interactions entre l'eau et le bois et ils montrent que le rôle plastifiant de l'eau est à nuancer en fonction de la teneur en eau du bois.

Les expériences d'Obataya *et al.* (1998) menées sur des échantillons d'Epicéa pour des teneurs en eau variant de 0 à 30% à 20°C par une méthode vibratoire (« free-free flexural method »), montrent que la valeur maximale du module d'Young est obtenue à 8% de teneur en eau. Les réarrangements des molécules induits par l'adsorption de l'eau augmentent la



valeur du module d'Young jusqu'à une teneur en eau de 8%, alors que la plastification provoquée par l'adsorption d'eau dissoute entraîne une décroissance du module à partir de cette valeur de 8%.

Dans le bois, l'eau liée se répartit sur différents sites :

- une partie de l'eau est adsorbée sur les groupes hydroxyles des régions amorphes du bois et conduit alors à une augmentation des modules ;
- l'eau ne pouvant alors plus, faute de sites libres, s'adsorber sur des groupes hydroxyles, vient briser des ponts hydrogènes entre polymères, ce qui conduit à un affaiblissement de la rigidité du bois.

Obataya *et al.* montrent également que l'évolution du  $\tan\delta$  en fonction de l'humidité à une température de 20°C fait apparaître 2 pics à 1% et 20% de teneur en eau. Le premier est attribué aux mouvements des molécules d'eau adsorbée (frottement intérieur propre au plastifiant), le second à la relaxation due aux mouvements micro-Browniens des substances de la matrice, et plus spécialement les hémicelluloses. En effet, d'après Goring (1963) et Olsson & Salmén (1997), les hémicelluloses sont les composants du bois qui absorbent le plus d'eau.

Les nombreux travaux de Salmén (1984, 1992) montrent que la température de relaxation de la lignine et des hémicelluloses *in situ* dépend fortement de la teneur en eau, et qu'effectivement l'augmentation de la teneur en eau abaisse la température de transition.

	Anhydre	Humide
<b>Hémicelluloses</b>	Tg>100°C	Tg~0°C
<b>Lignines</b>	Tg>100°C	Tg<100°C

Des équations permettent de calculer la température de transition de polymères en présence de plastifiants, comme l'eau par exemple. Birkinshaw (1993) présente en détail les mécanismes et les principaux résultats de plastification au sein du bois.

L'équation de Kwei est une relation relativement simple dans laquelle les polymère et diluant sont désignés comme les composants respectifs 1 et 2 et où  $\omega$  représente la fraction massique.  $k$  est un paramètre ajustable du volume libre et  $q$  un paramètre ajustable prenant en compte les interactions moléculaires spécifiques.

$$Tg = \frac{(\omega_1 T_{g1} + k \omega_2 T_{g2})}{\omega_1 + k \omega_2} + q \omega_1 \omega_2$$

Kelley *et al.* (1987) utilisent des résultats expérimentaux obtenus pour la lignine et des hémicelluloses à différentes teneurs en eau pour identifier les paramètres  $k$  et  $q$ . Pour les lignines, la valeur de  $q$ , représentatives des interactions moléculaires, est largement plus élevée que pour les hémicelluloses. Il existe en effet dans la lignine davantage d'interactions de l'eau avec les groupes hydroxyles phénoliques.



Plus récemment, les travaux de Lenth & Kamke (2001) montrent que l'équation de Kwei permet de représenter assez fidèlement la décroissance de  $T_g$  due à l'augmentation de la teneur en eau.

Un certain nombre d'autres équations permettent de prédire la température de transition de systèmes polymère-plastifiant, comme celle de Kaoble, qui est utilisée par Salmen pour le système cellulose/eau. L'équation de Kaoble établit une égalité permettant de calculer la température de transition vitreuse en fonction des caractéristiques moléculaires.

$$T_g = \frac{-U_g (Z_L - Z_G)}{D C_{Vg} Z_g} = \frac{U}{h}$$

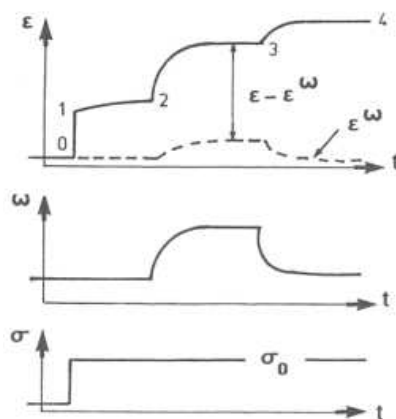
$U_g$  est l'énergie de cohésion molaire à  $T_g$ ,  $C_{Vg}$  est la différence de chaleur spécifique à volume constant au-dessus et en dessous de  $T_g$ , et  $Z_L$  et  $Z_G$  sont les nombres de coordination de structure pour les états vitreux et caoutchoutique.  $U$  est l'énergie de cohésion molaire.

### 3.2.3.3 Influence des variations de teneur en eau sur le comportement mécanique, mécano-sorption

Il n'y a pas seulement le niveau de teneur en eau qui intervient sur le comportement mécanique du bois mais également les cycles d'adsorption-désorption.

Dans les années 50, une équipe de chercheurs australiens a constaté que le fluage en flexion augmente au cours de séchage. Ce couplage entre la contrainte mécanique et le processus de sorption a depuis été largement étudié. Ce phénomène est appelé « mécano-sorptif » (sorption traduisant aussi bien les phénomènes d'adsorption que de désorption).

Les principaux travaux dans le domaine ont été réalisés par Ranta-Maunus (1975), Grossman (1976), Gril (1988), Hunt (1997), Toratti & Svensson (2000), pour n'en citer que quelques-uns.



$\varepsilon$  représente la déformation,  $\omega$  le taux d'humidité,  $\sigma$  la contrainte et  $\varepsilon^0$  la déformation due à l'expansion volumique hygrothermique.

Figure I- 42 : Le comportement mécano-sorptif du bois

Lorsqu'une contrainte est exercée sur le matériau, un fluage se produit, et la déformation peut être divisée en plusieurs termes :

- une déformation élastique instantanée
- une déformation liée à l'expansion volumique hygrothermique
- une déformation différée qui représente une déformation viscoélastique et une déformation mécano-sorptive

Plusieurs modèles phénoménologiques tentent d'expliquer ce phénomène complexe dans la littérature, sans réel succès.

Dans les travaux de Mukudai, cet effet est expliqué en partie par un mécanisme de délamination, traduit par un modèle rhéologique (Mukudai & Yata, 1986). Une hypothèse est proposée pour le mécanisme du comportement caractéristique viscoélastique du bois soumis à des changements d'humidité. L'hypothèse est basée sur la déduction que le comportement caractéristique pourrait être attribué à la disparition de l'interface entre les couches S1 et S2 de la paroi cellulaire. En effet, l'interface entre les couches S1 et S2 constitue une zone faible de la paroi, cette adhérence pourrait être remise en cause à un certain niveau d'humidité.

La compréhension des phénomènes mécano-sorptif est un enjeu extrêmement important pour l'industrie du bois. Bien que de nombreux éclairages aient été apportés ces dernières années, la compréhension de ce phénomène reste un véritable défi pour la communauté scientifique.

Dans la suite de ce mémoire, les travaux porteront sur du bois saturé en eau, l'effet mécano-sorptif inexistant dans ce cas, ne sera pas étudié dans le cadre de ce mémoire. Toutefois, nous pouvons difficilement parler de l'eau dans le bois sans aborder ce thème. D'autant plus que de récents travaux laissent penser qu'il existe des interactions entre le fluage mécano-sorptif et le fluage viscoélastique (Hanhijärvi & Hunt, 1996 ; Navi & Pitet, 2000).

### 3.3 Données bibliographiques sur le comportement viscoélastique du bois

Dans ce domaine, la bibliographie est relativement riche. Elle fait état de résultats concernant le bois ou alors concernant les polymères constitutifs du bois.

Que cela soit pour les polymères pris individuellement ou pour le bois dans son intégrité, les moyens d'investigation sont divers et variés. L'intégralité des méthodes classiques présentées dans le premier paragraphe de ce chapitre se retrouve pour caractériser le matériau bois.

A la fin de cette partie, un tableau récapitule l'ensemble des résultats trouvés dans la bibliographie en fonction du moyen d'investigation, de la direction matérielle et de la teneur en eau.

#### 3.3.1 Polymères constitutifs du bois

Nous l'avons vu, le bois est constitué de trois polymères principaux : la *cellulose*, homopolymère linéaire formé de longues chaînes amorphe ou cristalline, les *hémicelluloses*, polymères amorphes ramifiés à chaînes plus courtes, les *lignines*, polymères complexes amorphes et réticulés.

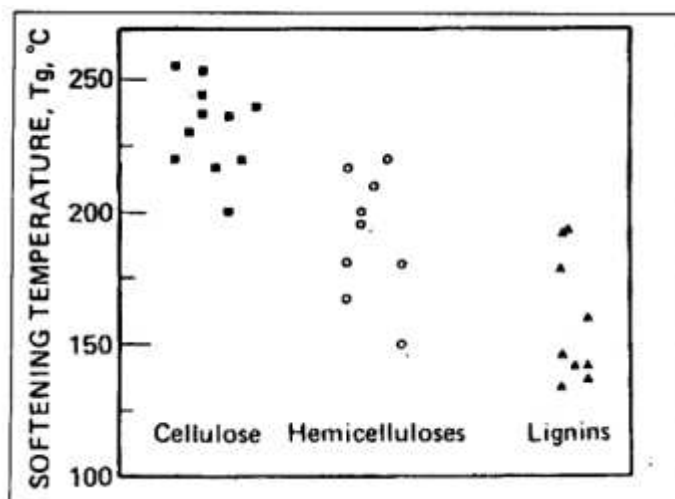
Les principales études menées sur ces différents polymères ont été réalisées essentiellement dans le cadre de leur utilisation dans l'industrie du papier et plus particulièrement dans le but d'améliorer les techniques de séparation des fibres pour la fabrication de la pâte à papier. Les polymères constitutifs du bois ont été étudiés principalement en fonction de la température, de la teneur en eau et d'éventuels traitements chimiques.

Les résultats majeurs issus de la littérature pour ces trois polymères sont évoqués ci-dessous.

En 1963, Goring met au point une méthode de mesure de la température de ramollissement des poudres de polymères. La poudre est compressée sous une charge constante dans un capillaire. Le point de ramollissement correspond à la température pour laquelle la poudre se compacte en un bouchon solide. Cette méthode a été utilisée pour divers échantillons de lignine, d'hémicellulose, de cellulose.

A l'état humide, le ramollissement des hémicelluloses commence vers 50-60°C, celui des lignines aux environs de 90-100°C. Les températures de transition des différentes lignines (dioxane, periodate) peuvent être corrélées à la capacité de celles-ci à former des liaisons. La sorption d'eau entraîne un abaissement de la température de transition vitreuse des lignines et hémicelluloses, mais pas de la cellulose, ceci s'expliquant par la nature cristalline de la cellulose. Mis à part les lignines solubles dans l'eau, les hémicelluloses apparaissent comme le composant de la paroi des cellules du bois qui absorbe le plus d'eau.

Back et Salmén en 1982, réunissent à partir de la littérature un ensemble de mesures des transitions des polymères du bois à l'état anhydre (Figure I- 43). La différence de Tg entre les polymères anhydres et saturés en eau est évidente.



**Figure I- 43 : Valeurs de Tg pour les polymères constitutifs du bois à l'état anhydre (d'après Back et Salmén 1982 cité dans (Bardet 2001))**

Plus récemment, divers travaux ont été réalisés sur des sciures de bois par DSC pour des essences et des humidité variables (Irvine 1984 ; Ostberg *et al.*, 1990). L'ensemble des résultats convergent vers une température de ramollissement des *lignines*, pour une teneur en eau proche de 30%, variant de 65 à 90°C.

Olsson & Salmén (1997) ont étudié par spectroscopie mécanique le ramollissement d'*hémicelluloses* du bois (sur des échantillons imprégnés sur des fibres de verre inerte mécaniquement). Des Xylans issus de Bouleau et d'Épicéa et des Galactoglucomannans issus d'Épicéa sont testés pour plusieurs humidités. Le ramollissement des Xylans de Bouleau s'effectue à 60°C pour une fréquence de 11Hz et une Hr de 75%. L'énergie d'activation nécessaire est de l'ordre de 310 kJ/mole.

L'étude de la *cellulose* reste relativement délicate du fait de sa structure en partie cristalline. Des études récentes menées à Grenoble permettent de mieux comprendre le comportement de la cellulose amorphe et en particulier de ses relaxations secondaires.

Montès *et al.* (1998), Montès & Cavailé (1998) montrent que la cellulose amorphe exhibe 2 relaxations secondaires,  $\gamma_{cell}$  et  $\beta_{cell}$ , à des températures inférieures à la température de transition vitreuse. L'énergie d'activation de  $\gamma_{cell}$  indique que cette transition correspond à des mouvements non coopératifs et la comparaison avec les autres polymères amène à la conclusion qu'elle correspond à la rotation des groupes hydroxyméthyles latéraux (CH<sub>2</sub>OH). Les analyses diélectriques montrent que cette relaxation résulterait en fait de la superposition de deux processus de relaxation impliquant des groupes moléculaires distincts : la rotation des groupes hydroxyles et la rotation des groupes hydroxyméthyles.

Salmén (2004) présente un bilan intéressant des propriétés rhéologiques des polymères du bois à l'état anhydre et saturé. Nous pouvons trouver dans ce papier des grandeurs mécaniques, telles que les modules d'Young pour chacun des polymères cités précédemment.

Le Tableau I- 1 est à prendre avec précaution. Il donne des tendances grâce aux données récoltées dans l'ensemble de la bibliographie pour les polymères isolés. La variabilité est liée en partie aux méthodes d'extraction, aux méthodes de mesures, à la fréquence de sollicitation et à la variabilité naturelle du matériau.

	Tg (°C)		
	Cellulose	Hémicellulose	Lignine
Saturé		0 à 60	60 à 100
Anhydre	220	150 à 220	130 à 195

**Tableau I- 1: Valeurs de Tg pour les polymères constitutifs du bois à l'état anhydre et saturé. Valeurs issues de la bibliographie.**

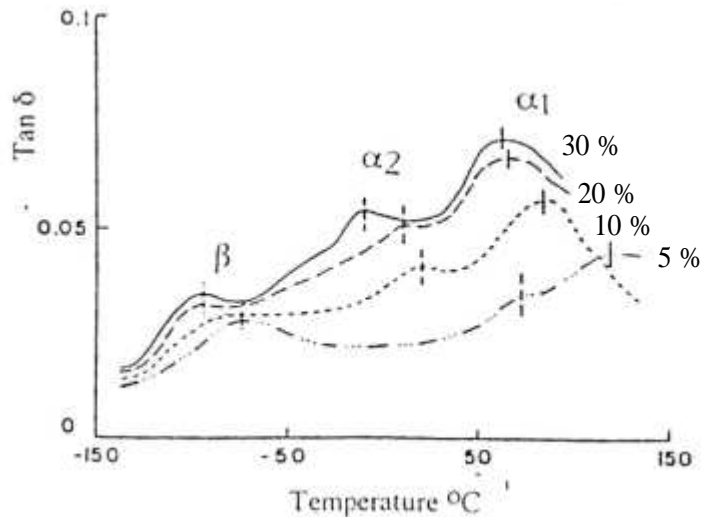
### 3.3.2 Bois massif (polymères *in situ*)

Dans ce domaine de nombreuses références existent déjà. Plusieurs revues bibliographiques sont incontournables, Schniewind (1968), Ranta-Maunus (1975), Mudry (1984), Le Govic (1992). Certains travaux de thèse plus récents sur le comportement thermo-hygro-visco-élastique du bois viennent renforcer cette bibliographie, Gril (1988), Genevaux (1989), Guerrin (1990), Beauchêne (1996), Pittet (1997), Lenth (1999), Bardet (2001)... pour n'en citer que quelques-uns. L'idée est ici d'étudier les résultats principaux en fonction de différents paramètres (température, teneur en eau, temps...) sous l'éclairage des diverses méthodes expérimentales présentées au début de ce chapitre. La plus grande partie des résultats qui vont suivre est donnée pour le plan transverse du bois.

Il est bien connu que les propriétés des matériaux polymères hétérogènes sont déterminées à partir de celles de leurs constituants. Lorsque deux polymères différents sont mélangés, les propriétés du mélange ne sont pas identiques à celles des matières de départ. Elles sont soit intermédiaires, soit réduites ou encore améliorées par rapport aux propriétés de chacun des polymères d'origine (Ehrenstein & Montagne, 2000).

Pour le bois on ne parlera pas de transition vitreuse mais de zone de ramollissement car sa réponse intègre le comportement de cet ensemble complexe de polymères. Toutefois, nous allons voir dans ce paragraphe que les recherches permettent d'identifier plusieurs transitions correspondant aux différents polymères constitutifs du bois. Le bois est un **polymère hétérogène multitransitionnel**.

Les travaux de Kelley *et al.* (1987) basés sur les techniques DMA et DSC ont mis en évidence l'existence de plusieurs transitions dans le bois (Figure I- 44).



**Figure I- 44 : Evolution du coefficient de perte pour un Epicéa en fonction de la température à une fréquence de 1 Hz pour différentes teneur en eau (d'après Kelley 1987)**

La transition  $\alpha_1$  est attribuée à la transition vitreuse des lignines,  $\alpha_2$  à celle des hémicelluloses. Pour une humidité fixée, le nombre de transition ainsi que leur nature n'est pas encore complètement connu, mais il semble tout de même que l'ensemble de la communauté scientifique soit d'accord sur les points suivants.

Le ramollissement principal du bois mouillé se produisant entre 60°C et 90°C et a été clairement identifié au ramollissement des lignines. Ce ramollissement a été visualisé par plusieurs méthodes expérimentales et par de nombreux auteurs : Kelley , Ostberg *et al.* (1990) en DSC et DMA, Gril & Bardet en DMA (2002), Lenth & Kamke (2001) en DETA... Il est également remarqué que le ramollissement des hémicelluloses a peu d'effet sur les propriétés mécaniques globales du bois mouillé.

Olsson & Salmén (1997) précisent que cette prépondérance des lignines pour le bois mouillé est moins vrai pour le bois sec (lorsque le bois sèche l'effet ramollissant des lignines est diminué et celui des hémicelluloses perceptiblement plus important).

Nous avons vu précédemment que la réponse du bois *in situ* intègre les réponses individuelles des divers polymères constitutifs, modifiées par les interactions entre constituants. Irvine (1984) confirme ceci et montre par Analyse Thermique Différentielle que le ramollissement d'échantillons de bois saturé en eau apparaît à des températures de l'ordre de 60 à 90°C, alors que la transition des poudres de lignine apparaît à des températures plus faibles.

Des études menées en autoclave pour de plus hautes températures montrent d'autres ramollissements. Dwianto *et al.* (1998) ont étudié l'influence de la température (0 à 200°C) sur le ramollissement du bois humide soumis à des tests de compression radiale. De 100 à 200°C, les tests ont été réalisés en autoclave. Dix essences différentes ont été testées. Les résultats montrent 2 zones de ramollissement :

- autour de 80°C, attribuée à la transition vitreuse des lignines saturées en eau, en accord avec les données expérimentales citées précédemment,
- aux environs de 180°C, attribuée à la décomposition des hémicelluloses.

Bien évidemment la teneur en eau fait varier directement les températures de ramollissement du bois, mais peut également être à l'origine de transitions secondaires.

Des scientifiques se sont intéressés à l'influence de la teneur en eau sur les transitions du bois, mais cette fois-ci en effectuant des balayages en température à humidité constante. Il est ainsi possible de relever plusieurs transitions dans le bois entre -150°C et +200°C, qui dépendent directement de la teneur en eau (Obataya *et al.* 2001). Maeda & Fukada (1987) par des mesures des constantes complexes piézoélectriques, diélectriques et élastiques entre -150 et 150°C à 10Hz sur des bois de bambou et de Cèdre mettent en évidence deux transitions. Une transition est observée vers -100°C et l'autre aux environs de -40°C. Là aussi, ces transitions sont attribuées à la relaxation des molécules d'eau qui forment des liaisons hydrogènes avec certains groupes des polymères constitutifs du bois. La première transition serait liée aux molécules d'eau qui se lient, pour des teneurs en eau inférieures à 4%, aux groupes méthyles des polymères amorphes (cellulose non cristalline, hémicelluloses ou lignine). La seconde transition, aux molécules d'eau qui se lient entre elles, à des humidités supérieures à 4%, dans des interstices avec des sites d'adsorption arrangés régulièrement autour de la cellulose cristalline. Il s'agit là de transitions secondaires du bois.

Pour synthétiser ces éléments, il faut retenir qu'il existe plusieurs transitions pour le bois humide :

- une transition principale ( $\alpha_1$ ) correspondant à la transition vitreuse de la lignine autour de 60 à 90°C ;
- une transition secondaire ( $\alpha_2$ ) proche de 0°C correspondant à la transition vitreuse des hémicelluloses ;
- des transitions secondaires apparaissant vers les hautes températures, au-dessus de  $\alpha_1$ , correspondant à la dégradation thermique des hémicelluloses ;
- des transitions secondaires, au-dessous de  $\alpha_2$ , attribuées à la transition des molécules d'eau adsorbées aux polymères, aux mouvements des groupements latéraux -CH<sub>2</sub>OH de la cellulose, aux transitions secondaires des polymères amorphes...

Genevaux et Guerrin présentent dans leur thèse respective des bilans relativement intéressants autour de ces transitions, où sont notamment précisées les températures de transition, les énergies d'activation relevées par de nombreux auteurs.

En 1983, Heitner et Attack remarquent que la température de ramollissement des feuillus est sensiblement plus basse que celle des résineux. Ce résultat est rapidement confirmé par Salmen (1984, 1992, 1997), puis par Hamdan *et al.* (2000)

La température de ramollissement (liée à la transition vitreuse des lignines) apparaît aux environs de 90°C pour les résineux et 60°C pour les feuillus.

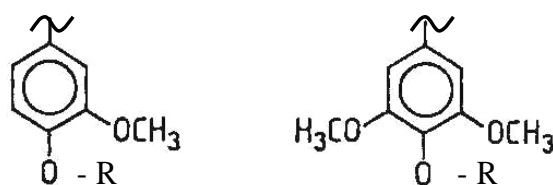
Le tableau suivant synthétise les mesures réalisées par Olsson & Salmén (1992) sur plusieurs essences par spectroscopie dynamique. Les tests sont réalisés pour des températures de 20°C à 140°C et pour des fréquences de 0.05 à 20 Hz sur des bois saturés en eau.

Fréquence (Hz)	Tg °C			
	Peuplier	Bouleau	Pin	Epicea
0,05				83
0,1	64			
0,5			92,5	88,5
0,6	68	70		
2		75		
4	73,5			
5			99	96
6		80		
20	82	85	103	100

**Tableau I- 2 : Valeurs des températures de ramollissement obtenues par spectroscopie mécanique dynamique pour plusieurs essences de bois (d'après Olsson & Salmén 1992)**

Cet écart suggère une structure chimique des lignines différente entre feuillus et résineux. Nous l'avons vu précédemment, la lignine est formée à partir d'unités monomères phénylpropane, liés ensemble en un réseau de polymères branchés. Les groupes libres comme les groupes méthoxyles ou les groupes hydroxyles phénoliques empêchent les liaisons faibles et par conséquent rendent la structure plus flexible.

Or nous savons que les unités S, G et H, présentent en quantité variable chez les feuillus et les résineux, ne possèdent pas le même nombre de groupes méthoxyles.



**Unité Guaiacyl**

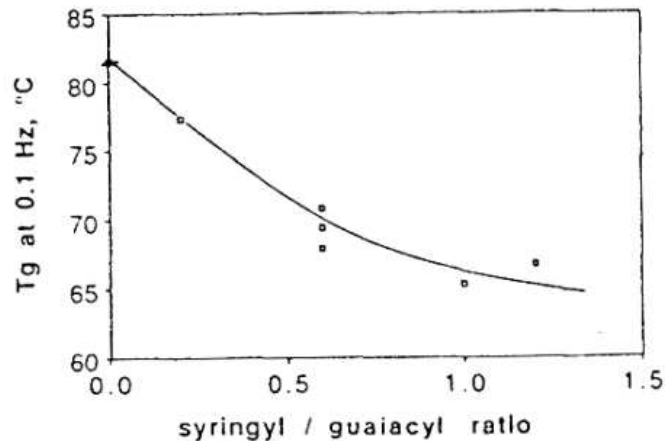
**Unité Syringyl**

**Figure I- 45 : Structure des unités Guaiacyl et Syringyl de la lignine**

Comme le montre la Figure I- 45, les unités Syringyl possèdent 2 groupes méthoxyle alors que les unités Guaiacyl n'en possèdent qu'un seul. Les unités Parahydroxyphénylpropane n'en contiennent aucun.

Par conséquent, les unités Guaiacyl (qui représentent l'essentiel des lignines des résineux) forment aisément des structures condensées qui réduisent la mobilité moléculaire des lignines. Par contre, une haute teneur en unités syringyl (comme chez les feuillus) entraîne une faible température de ramollissement. En effet, dans ce cas, la lignine a une haute teneur en groupements méthoxyle et a donc une structure plus souple.





**Figure I- 46 : Température de ramollissement à 0.1 Hz pour des espèces à ration syringil/guaiacyl différent (d'après Olsson & Salmén, 1992)**

La Figure I- 46 confirme que la flexibilité du réseau est très fortement influencée par la teneur en groupement méthoxyle.

Nous savons également que la nature et la composition de la lignine sont variables en fonction de l'âge, de la localisation dans l'arbre et dans la paroi. Ceci se traduit donc directement par la variation de la capacité d'amortissement du matériau en fonction de sa zone de provenance dans l'arbre. Salmén montre d'ailleurs, que pour le **bois de compression** des résineux, la température de ramollissement des lignines est plus élevée que pour le bois normal. La lignine du bois de compression contient des unités parhydroxyphénylpropane. Ceci confirme que la teneur en groupements méthoxyle de la lignine influe sensiblement sur la flexibilité du réseau. Lenth & Kamke enregistrent également des variations sensibles de Tg entre le bois juvénile et le bois mature. Pour du bois humide de Peuplier, la température de ramollissement du bois juvénile est inférieure à celle du bois mature.

Mais évidemment, la lignine et d'une manière générale la biochimie ne sont pas les seuls paramètres à influencer les propriétés mécaniques et rhéologiques du bois. Et comme le montre Kölher (2000) à travers ses travaux sur les propriétés mécaniques de jeunes tiges de plantes, les changements de propriétés mécaniques durant le développement de la plante sont attribués en partie à la quantité de lignine mais également aux changements anatomiques et à l'orientation des microfibrilles de cellulose.

Au Japon, on s'intéresse depuis quelques années aux modifications des propriétés physiques du bois par **traitement chimique**. Cet intérêt vient de leur application possible aux instruments de musique. Ces traitements ont pour principal objectif de limiter les variations dimensionnelles du bois en fonction de l'humidité. Le principe est de substituer les molécules d'eau liées aux groupes hydroxyles des régions amorphes du bois par des composants hydrophobes de taille imposante. La raréfaction des groupes hydroxyles libres limite le gonflement du bois dû à l'augmentation de l'humidité relative de l'air.

Une partie des liaisons hydrogènes entre les molécules de la matrice amorphe sont cassées par l'introduction des groupes hydrophobes, ce qui augmente la mobilité des molécules et abaisse donc la température de ramollissement (effet plastifiant). Ces travaux sont réalisés en grande partie au Japon par Obataya et Norimoto.

En ce qui concerne les phénomènes de thermo-activation (la température accélère les phénomènes viscoélastiques), la notion d'*équivalence temps-température* pour le bois est discutée. Remise en cause par Davidson dans les années 60, nous retrouvons depuis dans la littérature de nombreuses illustrations de cette équivalence. Salmén (1984) présente dans ces travaux de très belles courbes maîtresses qui viennent étayer cette thèse d'équivalence temps-température.

Gardons en tête les conclusions de la discussion menée par Le Govic, qui dit, certainement très justement, que « l'équivalence temps-température est valable uniquement dans certaines plages ». Le principe ne s'appliquerait pas pour l'ensemble de la manifestation du comportement viscoélastique mais seulement à l'intérieur de chaque transition.

### 3.3.3 Modélisation du comportement du bois

Dans la littérature, les travaux sur la modélisation du comportement viscoélastique du bois sont relativement abondants. De nombreux modèles rhéologiques sont proposés.

Le modèle parabolique, à fonction puissance, est couramment utilisé pour représenter des essais de fluage (Cariou 1987). Ce modèle a été repris et modifié par plusieurs scientifiques afin de prendre en compte la présence de plusieurs transitions dans le bois. On parle alors de modèle parabolique multitransition ou « multiparabolique », Huet & Navi (1990), Le Govic (1992), Bardet (1999), Cai Z.(2002). Bardet & Gril proposent un modèle parabolique où les éléments paraboliques sont remplacés par une série d'éléments de type Maxwell.

Comme le précise à juste titre Le Govic, le modèle parabolique est bien adapté à rendre compte du fluage du bois mais reste difficilement intégrable à des codes de calcul, alors que la modélisation par loi exponentielle garde tout son sens. Les conclusions de l'analyse bibliographique de Haque *et al.* (2000) rejoignent ce point de vue, et le modèle de Kelvin y apparaît comme le modèle analogique le plus communément utilisé pour décrire le comportement viscoélastique du bois. Les auteurs se proposent dans cet article, de comparer les prédictions de plusieurs modèles (Maxwell, Kelvin, Burgers, modèle parabolique, equation de Bailey-Norton) à des résultats expérimentaux et ainsi de déterminer le modèle mathématique le plus adapté pour représenter le comportement viscoélastique du bois lors du séchage. Le modèle de Kelvin apparaît comme le modèle le plus approprié en terme de précision et nombre de paramètres pour représenter le comportement viscoélastique du bois dans ces conditions expérimentales. C'est également ce qui ressort des travaux de Passard & Perré (2004, 2005), qui utilisent des combinaisons d'éléments de Kelvin pour modéliser des essais de fluage avec activation thermique.

Ceci est également confirmé par Petit *et al.* (2002), qui présentent une revue des modèles mécano-sorptifs : modèles phénoménologiques (Leceister, Ranta-Maunus, Hunt, Toratti...),

physiques (Schaffer, Bazant, Mukudai, Gril...) et rhéologiques. Le modèle de Kelvin-Voigt généralisé ressort encore comme étant un modèle bien adapté à la représentation du comportement viscoélastique linéaire du bois.

Pour la suite de notre travail, c'est donc le modèle de Kelvin qui sera privilégié. Bien sûr d'autres types de modèles plus marginaux ont été développés, citons, par exemple, le concept de fonctions de fluage/relaxation généralisées développé par Hazanov & Zeiter (1992) qui décrit relativement fidèlement les phénomènes multi-transitionnels expérimentaux enregistrés durant des déformations thermo-mécaniques.

### ***3.3.4 Bilan et perspectives***

Le tableau suivant propose une synthèse de l'ensemble des résultats expérimentaux trouvés dans la littérature, concernant les propriétés viscoélastiques du bois. Ces résultats sont classés en fonction des différents paramètres que l'on vient de citer, à savoir : la nature de la méthode expérimentale utilisée, l'essence et le type de bois, la direction matérielle, la teneur en eau...

Auteurs	Essai	Essences	Conditions	Fréquence	Direction	Observations	W (kJ.mol <sup>-1</sup> )
<b>Mesures dilatométriques</b>							
<b>Salmen (1989)</b>	dilatation thermique	Epicéa	saturé			Tg Lignine (in situ)	63°C
<b>Analyse diélectrique</b>							
<b>Maeda et Fukada (1987)</b>	DETA de -150 à 150 °C	Bambou / Cèdre	MC : 0 à 11%	10 Hz		2 relaxations dues aux molécules d'eau adsorbées	à -100°C à -40°C
<b>Lenth et Kamke (2007)</b>	DETA	Peuplier / Pin Bois mature et bois juvénile	MC : 0-20%	0,1 à 100kHz	R	Température de ramollissement ex : 1Hz, 0% : Bois juvénile (Pin)	200°C 122
<b>Suzuki et Kuroda (2003)</b>	DETA 20°C	Hinoki / Sugi	MC : 0 à 250 %	1 MHz à 1.8 GHz	R/T/L	corrélations entre $\epsilon'$ , $\epsilon''$ et la teneur en eau du bois	
<b>Analyse thermique</b>							
<b>Funakoshi et al. (1979)</b>	ATD	Bouleau	anhydre				210°C
<b>Irvine (1984)</b>	ATD bois brut poudres de lignines, hémicelluloses	Eucalyptus Pin	MC = 0 à 30%			bois brut saturé	62-90°C 65-89°C
<b>Kelley et al. (1987)</b>	DSC sciures		MC = 25 %			2 transitions	60°C -22°C
<b>Salmen (1990)</b>	DSC	Epicéa Bouleau	MC : 20%			Tg Lignine	63°C
<b>Analyses mécaniques</b>							
<b>Essais quasi-statiques</b>							
<b>Goring (1963)</b>	Compression dans un capillaire poudres de lignine et hémicellulose	Epicéa et Bouleau	"humides"			Tg Lignine Hémicelluloses	77 à 128°C 54 à 142°C
<b>Uhmeier et al. (1998)</b>	Compression	Spruce	anhydre			Tg Hémicelluloses	134 à 235°C 167 à 217°C
<b>Takakashi et al. (1998)</b>	Compression	Diverses essences	saturé		R	Température de ramollissement	85°C
<b>Norimoto (2000)</b>	Compression 0 à 200°C	Résineux Feuillus	saturé		R	Température de ramollissement transitions	80°C 60°C 90°C
<b>ADA (1986)</b>	Flexion 3 points T=10 à 95°C	23 essences tempérées	"humides"			transition secondaire 2 pics de ramollissement	160°C 63 à 80°C 39 à 54°C
<b>Genevaux et Guillard 1998</b>	Fluage à température linéairement croissante 20< T<80°C	Peuplier	8%		R/T/L	identification des courbes de fluage avec des éléments de Kelvin	4 éléments de Kelvin 6.9 1.6 1,2.10 <sup>3</sup> 7,9.10 <sup>6</sup> 220
<b>Perré et Aguiar (1999)</b> <b>Passard et Perré (2005)</b>	Fluage T<120°C	Epicéa et Chêne	saturé		R/T	identification des courbes de fluage avec des éléments de Kelvin Chêne (R)	4 éléments de Kelvin 1(h) 3.55 6307 7,49.10 <sup>6</sup> 8,42.10 <sup>5</sup> 38.89 168.3 218.2 103.9

Auteurs	Essai	Essences	Conditions		Fréquence	Direction	Observations	W (kJ.mol <sup>-1</sup> )
Analyses mécaniques								
<b>Essais dynamiques</b>								
<b>Obataya &amp; al. (2001)</b>	Free-free flexural method	Résineux	Hr = 0 à 97%	20°C		R	variation de tan δ avec Hr et en fonction du traitement chimique	
<b>Obataya &amp; al. (2003)</b>	Free-free flexural method	Epicéa	MC = 0 à 20%		400 à 8000 Hz		tan δ dépend de la fréquence, de MC et des traitements chimiques	
<b>Matsunaga &amp; al. (2000)</b>								
<b>Kuboijima &amp; al. (2004)</b>	Free-free flexural method	Japaneuse cedar Bois comprimé	anhydre			R/T	effet de la flexion due au cisaillement sur les propriétés viscoélastiques	
<b>Becker and Noack 1968</b>	Pendule (torsion)	Hêtre	saturé 26%	0,5 - 3Hz			Température de ramollissement	80°C 85°C 95°C
<b>Höglund et al (1976)</b>	Pendule (torsion)	Bouleau	saturé	0,02Hz			Température de ramollissement	80°C 235°C
<b>Atack (1981)</b>	Pendule (torsion)	Epicéa	saturé	0.5			Température de ramollissement	85°C
<b>Wert et al (1984)</b>	Pendule (torsion)	Epicéa	anhydre	1Hz			Température de ramollissement	132°C 192°C
<b>Salmén (1984)</b>	DMA 20-140 °C	Epicéa	saturé	0,05 à 20 Hz		RT	Tg lignine 0,5 Hz 20 Hz	93°C 107°C
<b>Kelley et al. (1987)</b>	DMTA	Epicéa Erable	MC = 5 à 30%	0,33 à 30 Hz		RT	3 transitions α1 : Tg Lignine α2 : Tg Hémicelluloses β : Trans. secondaire	50<T<100 -25<T<25 -100<T<-50
<b>Olsson et Salmén 1992</b>	DMA 20-140°C	Peuplier Bouleau Pin	saturé	0,05 à 20Hz			Tg lignine	82°C 85°C
<b>Olsson et Salmén 1997</b>	DMA Xylans et galactoglucomannans	Epicéa Epicéa : traitement acide						103°C 100°C 124°C
<b>SAADI (2002)</b>	DMA	Bouleau, Epicéa	Hr : 75%	11Hz			Tg Xylans	60°C 310
<b>Obataya &amp; al. (2003)</b>	DMA 20 - 200°C	Epicéa	saturé	0,01Hz		R	Température de ramollissement	85°C
	DMA	Chêne	saturé	0.01		T		85°C
				10		R/T		75/76
				5 Hz		R/T		91/-
	DMA 5 - 100°C	Résineux	anhydre	5 Hz		R	Effet des traitements chimiques sur le ramollissement du bois	
			saturé	5 Hz		R	effet anti-plastifiant	

Tableau I- 3 : Récapitulatif des données expérimentales récoltées dans la bibliographie concernant les transitions du bois

Nous proposons ici aux lecteurs un accès aux principaux travaux portant sur le comportement viscoélastique du bois en fonction de la méthode expérimentale utilisée. Au début de ce chapitre bibliographique est présenté un certain nombre de méthodes classiques de caractérisation des polymères. C'est l'occasion ici de synthétiser les méthodes qui ont été privilégiées pour l'étude du matériau bois par les différents auteurs. Nous avons cité une grande partie de ces travaux dans les parties précédentes, mais pas sous cet éclairage de la méthode expérimentale.

Les *essais dilatométriques* ne sont pas très courants dans le domaine du bois. Les principaux travaux ont été réalisés par Salmén (1990) entre 20 et 95°C sur des échantillons d'Épicéa saturés en eau. En dessous de la température de ramollissement, la dilatation thermique du bois est négative. Une transition à 63°C est attribuée au ramollissement de la lignine humide.

Les travaux d'*analyse thermique* (ATD, DSC) sont par contre très nombreux. Dans les trente dernières années, on peut citer les travaux de Irvine (1984), Kelley *et al.* (1987), Ostberg *et al.* (1990)... Ces essais ont été réalisés à l'aide d'appareils du commerce, sur des échantillons de bois brut ou sous forme de sciure pour des essences et des humidité variables. Certains essais portent sur des échantillons traités chimiquement. L'ensemble des résultats convergent également vers une température de ramollissement des lignines, pour une teneur en eau proche de 30%, aux environs de 65°C.

Les *essais diélectriques* (DETA) sont également largement utilisés. Ils montrent un grand intérêt dans la détermination des transitions secondaires des polymères constitutifs du bois. Ils permettent de balayer de larges gammes de températures, et notamment dans les valeurs négatives.

Lenth *et al.* (2001) ont étudié l'influence de l'humidité (MC de 0 à 20%), de la température (20 à 200°C) et de la nature des bois sur le ramollissement du bois par cette méthode. Des températures coïncidant avec les températures de ramollissement des constituants amorphes ont été visualisées. Ils ont également démontré que la superposition temps-température est applicable pour des réponses diélectriques du bois au-dessus de 20% de teneur en eau. Les travaux de Maeda & Fukuda (1987), Obataya *et al.* (2001) s'intéressent à une plage de température qui inclut des valeurs négatives (de -150 à 150°C).

Montès & Cavailé (1999), Obataya *et al.* (2001) montrent que les mesures diélectriques sont plus sensibles aux mouvements de certains groupes moléculaires (groupes hydroxyles par exemple) que les mesures mécaniques, et qu'ainsi pour un même échantillon l'analyse diélectrique peut mettre en évidence des transitions secondaires que l'analyse mécanique ne révèle pas.

Dans la catégorie des *essais mécaniques*, on peut relever trois grandes méthodes : les essais de fluage et de relaxation, les essais harmoniques, et les méthodes de propagation.

Les essais mécaniques **quasi-statiques** réalisés sur le bois sont extrêmement nombreux. Deux revues bibliographiques permettent de faire un état de l'art des travaux réalisés dans la seconde partie du siècle dernier. Schniewind *et al.* (1968), proposent une revue des travaux expérimentaux concernant les différents types de sollicitation (fluage, relaxation). L'effet de la contrainte, de la teneur en eau et de la température y est discuté. Le Govic (1992) présente un panorama intéressant des travaux mondiaux sur le fluage du bois, des années 60 aux années 80. Outre une représentation des notions de base en rhéologie nécessaire pour aborder

le sujet, le présent article fait une référence spéciale aux effets de température et de l'humidité maintenues constantes sur le fluage du bois, tant du point de vue expérimental que du point de vue de la modélisation.

De nombreux travaux expérimentaux permettent d'accéder à des résultats concernant diverses essences de bois. On peut citer les travaux de Genevaux & Guitard (1998), Guerrin (1990), Hamdan *et al.* (2000), Perré & Passard (1999, 2001, 2004, 2005), Petit *et al.* (2002)... Plus récemment des auteurs, comme Navi *et al.* (2000) se sont intéressés au fluage mécanosorptif.

Dans les **vibrations forcées sur un mode de résonance**, on retrouve extrêmement souvent, et surtout en Asie, la méthode appelée « Free-free flexural method ».

Arthur (2001), Obataya & Norimoto (1999) proposent des expériences intéressantes sur le roseau. Obataya *et al.* (2003) réalisent des mesures sur divers échantillons de résineux en fonction de la teneur en eau (HR de 0 à 97%) et en fonction de divers traitements chimiques.

Le tableau récapitulatif précédent mentionne d'autres travaux tels que ceux de Kubojima *et al.* (2004), Obataya *et al.* (2000).

En ce qui concerne les **essais harmoniques hors résonance** (Forced non-resonance technique), Lenth *et al.* (2001) proposent un bilan intéressant de l'ensemble des résultats expérimentaux obtenus à très basse fréquence par des pendules de torsion ou de flexion.

A basse fréquence, on trouve un large panel d'études réalisées à l'aide de DMA. Nous pouvons en citer quelques-uns : Kelley *et al.* (1987), Olsson & Salmén (1992, 1997), Bardet (2001), Obataya *et al.* (2003), Saadi (2002), LERMAB/CIRAD Forêt (2003).

Le dernier volet de ces méthodes mécaniques est la propagation des ultrasons. On renvoie ici le lecteur aux travaux de Bucur dans lesquels on peut trouver de nombreuses références (Bucur 1984).

Lord (2004), présente des travaux intéressants réalisés sur le roseau. Des mesures sont réalisées sur une large plage de fréquence ( $10^{-5}$ s à  $10^4$  s) grâce aux trois méthodes citées précédemment. Les essais pour des temps très courts sont réalisés par méthode ultrasonore. Pour les temps plus longs la « free-free flexural method » et le fluage sont utilisés.

Enfin, depuis maintenant quelques années, les méthodes de **spectroscopie dynamique RMN et IR** ont apportées des informations plus précises sur les mécanismes moléculaires à l'origine des transitions des polymères et du bois Akerholm & Salmén (2003), Hinterstoisser & Salmén (1999).

Les enseignements tirés de cette littérature scientifique relative au comportement viscoélastique du bois sont relativement contrastés. L'abondance des travaux expérimentaux et théoriques montre l'intérêt que la communauté scientifique porte sur cette thématique de la rhéologie du bois. Une meilleure connaissance et compréhension des phénomènes thermo-hygro-visco-élastiques dans le bois est en effet cruciale, à terme, pour optimiser et modéliser les procédés industriels.

Synthétisons brièvement l'état des connaissances concernant les trois grandes variables dont dépend le bois : **temps, température, teneur en eau**.

Pour ce qui est de l'effet mécano-sorptif, l'enjeu est important, le problème bénéficie depuis quelques années d'éclairages nouveaux, mais le défi reste entier.

Pour des raisons d'aisance de mise en œuvre, les essais de fluage ont longtemps été privilégiés. La bibliographie est extrêmement riche à ce niveau, et nous renvoyons le lecteur aux différents travaux cités au cours de ce chapitre pour plus de détails. Cependant, il semble désormais intéressant de privilégier l'étude du comportement thermique du bois par des essais harmoniques. Ces essais, dont nous avons déjà cité les nombreux avantages, présentent l'avantage majeur de pouvoir découpler les effets du temps et de la température.

Si les variables importantes du bois sont bien prises en compte, la diversité des méthodes expérimentales utilisées pour effectuer les mesures, associée à un échantillonnage limité, ne permettent pas de synthétiser l'ensemble de ces résultats. L'utilisation d'un dispositif expérimental unique permettant d'étudier le comportement du bois sur de larges fenêtres temporelles, thermique et hydrique permettrait de mieux caractériser ce matériau d'origine végétale.

Un autre grand volet de ces recherches porte sur l'influence de l'anatomie et de la biochimie du bois sur son comportement rhéologique. Nous l'avons compris au cours de la courte présentation structurale du bois, la variabilité est le maître mot dans ce domaine. La compréhension précise des phénomènes viscoélastiques passe donc par une prise en compte pertinente des paramètres structuraux.

Pour conclure, il apparaît que la forte anisotropie du bois reste un problème majeur dans les essais de caractérisation. Alors que le comportement mécanique longitudinal du bois sec est très largement connu depuis des décennies, les données sur les propriétés viscoélastiques du bois vert dans cette même direction sont rares. Le plan transverse est lui largement étudié, mais la distinction entre la direction radiale et tangentielle n'est pas toujours explicite.



### Conclusion

Ce chapitre introductif a permis de présenter succinctement les caractéristiques générales des matériaux polymères. La notion de température de transition vitreuse apparaît comme une notion centrale. De part et d'autres de  $T_g$ , les polymères présentent des propriétés extrêmement différentes traduisant deux états fondamentaux : l'état caoutchitique et l'état vitreux.

Une revue des méthodes expérimentales permettant de suivre l'évolution des propriétés et de caractériser ces matériaux dans cette zone de transition, a été proposée. L'accent est mis sur les essais mécaniques et en particulier sur les essais harmoniques. Ceux-ci représentent un puissant outil de caractérisation, permettant de suivre l'évolution des propriétés viscoélastiques et les phénomènes de transition des matériaux dans une large fenêtre temporelle indépendamment du contrôle de la température.

Ce chapitre a été également l'occasion de familiariser le lecteur avec le matériau bois. Matériau ancestral, il se voit attribuer parfois, à tort, l'image d'un matériau dépassé ; il était donc important d'établir une description précise qui laisse percevoir l'étendue des qualités et des utilisations technologiques possibles de ce matériau noble, plus que jamais d'actualité.

Le descriptif de ce matériau original révèle une forte *variabilité*, que cela soit au niveau de sa structure anatomique qu'au niveau de sa constitution biochimique. Cette variabilité se répercute évidemment directement sur ses propriétés physiques et technologiques. La caractérisation de ce type de matériau en est d'autant plus complexe. L'étude du plan ligneux fait apparaître un matériau fortement *anisotrope*. L'importance de la teneur en eau sur le comportement différé de ce matériau *hygroscopique* est aussi évoquée au cours de ce chapitre. Une revue bibliographique des travaux expérimentaux et théoriques sur le *comportement viscoléastique* du bois *thermo-activé* et *hygro-activé* y est présentée. Comme tout *polymère hétérogène*, le bois présente plusieurs transitions correspondant aux différents polymères constitutifs, il est qualifié de polymère *multitransitionnel*.

Une fois le contexte de notre étude dressé et les bases théoriques et bibliographiques posées, il est temps de s'intéresser au cœur de ce travail de thèse, à savoir l'élaboration et l'exploitation d'un dispositif expérimental original permettant de caractériser le comportement du bois vert en fonction de la durée de sollicitation, de la température et de la structure anatomique et biochimique des bois.

L'objectif majeur de cette thèse est de recueillir, grâce à ce dispositif expérimental, un large panel de mesures ; celles-ci devant permettre, à terme, d'accéder à une loi ou un modèle de comportement capable d'optimiser les procédés industriels et également de prédire ou simuler le comportement du bois au-delà des plages actuelles dans lesquelles il est utilisé.

Les principaux procédés utilisant ou subissant les propriétés viscoélastiques du bois sont le déroulage, le thermoformage, le séchage... Il s'agit donc essentiellement de transformations mécaniques. Le choix de la méthode expérimentale a bien évidemment pris en compte ce paramètre, et c'est pour cette raison qu'une méthode mécanique a été privilégiée. Ces essais permettent en outre de tenir compte de l'anisotropie du bois.

Le bilan bibliographique a souligné le caractère épars des mesures expérimentales. La comparaison et la synthèse des données restent difficiles du fait de la diversité des méthodes et des protocoles expérimentaux utilisés. Dès les débuts de ce travail, une volonté forte, a donc été de développer un appareil capable d'effectuer des mesures dans de très larges plages de temps et de température. C'est en effet en récoltant de nombreuses mesures, sans perturbations provenant d'un changement de dispositif expérimental, que nous serons capables d'identifier un modèle rhéologique pertinent.

Les essais harmoniques ont été favorisés pour leur capacité à découpler les effets du temps et de la température et nous avons travaillé sur l'élargissement des plages de température et de fréquence couramment proposées.

Au niveau de la plage de fréquence de sollicitation, nous avons choisi de conserver la gamme de fréquence classique des DMA en l'étendant vers les très basses fréquences. En effet, nous devons simuler à terme des phénomènes lents comme le séchage et le déroulage.

Toujours dans cette optique de balayer large, nous avons souhaité étendre la plage de température en dépassant le point d'ébullition de l'eau. En effet, pour les résineux, la bibliographie précise une température de ramollissement pour le bois saturé proche de 90°C, il est donc intéressant de passer cette barrière des 100°C afin de pouvoir visualiser le pic de ramollissement dans son intégralité. A pression atmosphérique, dans l'eau il est impossible d'aller au-delà de 100°C, il est donc indispensable de travailler sous pression. Ainsi, nous avons développé deux versions du dispositif : la première version permettant de réaliser des mesures de 5 à 95°C, la seconde, sous pression, étant capable d'effectuer des mesures jusqu'à 130°C. Cette seconde version sera décrite dans le dernier chapitre de cette thèse.

Pour la teneur en eau, nous nous sommes limités à deux états extrêmes : saturé ou anhydre. En effet, le bois est un matériau qui cumule plusieurs propriétés rhéologiques : viscoélasticité, mécano-sorption. Pour des raisons stratégiques et de cohérence des objectifs par rapport au temps accordé dans le cadre de cette thèse, nous avons focalisé notre étude sur la viscoélasticité.

Dans ce dispositif, nous avons également souhaité mettre l'accent sur la rigueur mécanique et métrologique. En effet, comme le montre très clairement les travaux de Salmén (1994), l'erreur commise lors de la détermination des propriétés viscoélastiques avec des appareils du commerce peut être non négligeable. Il montre, par exemple, que l'on peut pour des mêmes échantillons de caoutchouc, enregistrer des différences dans la détermination de Tg atteignant 14°C, en utilisant deux appareils différents. Ces erreurs sont souvent attribuées à des erreurs de calibration, à des géométries d'échantillons incorrectes et à des problèmes de mors de sollicitation.

Avant même de concevoir notre appareil expérimental, il était indispensable d'identifier et de prendre en compte les principales sources d'erreurs afin de ne pas les reproduire.



**CHAPITRE II : Conception et réalisation d'un outil  
expérimental dédié à la mesure des propriétés  
viscoélastiques du bois vert : le WAVE<sup>T</sup>**



## Introduction

Le panel des méthodes de mesure des propriétés viscoélastiques des polymères est extrêmement large, nous l'avons vu au chapitre précédent. Notre choix s'est porté sur une méthode mécanique car elle reste tout de même la méthode la plus intimement liée aux propriétés mécaniques du matériau. Rappelons également qu'un des rôles majeurs du bois dans l'arbre sur pied est le soutien mécanique.

La littérature montre que la majeure partie des études mécaniques dynamiques réalisées sur le matériau bois emploient des appareils du commerce de type DMA ou DMS. Malheureusement, ces appareils, tels qu'ils sont proposés en version de base, ne sont pas adaptés à certaines caractéristiques du bois. En effet, la majorité des appareils existant sur le marché des équipements scientifiques ne permettent pas de mesurer et encore moins de réguler les conditions d'hygrométrie dans la chambre de mesure. En général, seule la température est contrôlée, ce qui est tout à fait réducteur pour l'étude du bois vert. De plus, notons que si l'appareil est équipé d'un régulateur de l'humidité relative de l'atmosphère de la chambre expérimentale, ceci n'est pas suffisant pour contrôler la teneur en eau de l'échantillon de bois au cours d'un balayage en température. En effet, la teneur en eau d'un matériau poreux hygroscopique placé dans une enceinte à atmosphère régulée en humidité relative, ne reste pas constante lors de variations importantes de température. Le matériau est soumis à des phénomènes complexes de transferts couplés de chaleur et de masse aboutissant à des variations plus ou moins importantes de sa teneur en eau. L'assèchement provoqué au niveau d'un échantillon peut engendrer un phénomène de collapse, c'est-à-dire d'effondrement des parois cellulaires sous l'action des forces capillaires. Si le séchage se poursuit au-dessous du point de saturation des fibres, les mesures intégreront irrémédiablement un couplage mécano-sorptif. Une façon de contourner tous ces artefacts de manipulation est de placer l'échantillon de bois dans un bain thermostaté. Notons que cette solution nous permet uniquement de travailler sur du bois saturé en eau, sans pouvoir faire varier sa teneur en eau.

D'un point de vue de l'analyse vibratoire, une vaste campagne de mesures réalisée sur différents types d'échantillons (polycarbonate, PVC...) à l'aide d'un dispositif DMA (modèle 2980 TI Instruments) a mis en évidence des incohérences pour des fréquences proches de 10 Hz et de quelques dizaines de Hertz. En effet, pour certains échantillons, le dispositif DMA délivre des résultats aberrants comme des valeurs de  $\tan\delta$  négatives, voire anormalement élevées. (Rappelons que ce type d'appareil propose un balayage en fréquence de  $10^{-2}$  Hz à 200 Hz). Une explication de ces résultats incohérents serait que cette gamme de fréquence de vibration de quelques dizaines de Hertz soit proche d'un ou plusieurs des modes propres du système composé d'un moteur linéaire et de l'échantillon. Il est donc probable que les mesures soient sévèrement perturbées par le phénomène de résonance.

En outre, d'un point de vue mécanique, pour déterminer les différents modules se rapportant aux caractéristiques rhéologiques du matériau, le protocole expérimental suivi doit se conformer à un certain nombre d'hypothèses liées à la géométrie de l'échantillon et au type de sollicitation (exemple hypothèse « poutre »). Le type de mors proposé par TA Instruments ne répond pas à ces critères, aussi est-il nécessaire d'introduire des facteurs correcteurs. Ces derniers sont évalués par calcul en éléments finis sur des matériaux isotropes. Or le bois est un matériau orthotrope pour lequel ces coefficients correcteurs ne sont pas adaptés.

Enfin, au point de vue de la métrologie, nous pouvons noter que la plupart des appareils commerciaux ne mesurent pas la force appliquée à l'échantillon, mais la calcule à partir du signal électrique source appliqué à la bobine électromagnétique de l'actionneur linéaire. Un moyen judicieux d'accéder à une valeur de force plus précise est de la mesurer directement grâce à un capteur de force, placé entre l'actionneur linéaire et l'échantillon.

Ainsi, dans le cadre de ce travail, un appareil original, spécialement adapté à l'analyse harmonique du bois saturé en eau, a été développé. Il s'agit du dispositif WAVE<sup>T</sup> : Environmental Vibration Analyser for Wood. L'échantillon est sollicité dans une configuration Cantilever. Les plages de fonctionnement de cet appareil s'étendent de 5 à 95 °C pour la température et de  $5 \cdot 10^{-3}$  à 10 Hz pour la fréquence de sollicitation.

Les compétences requises pour réaliser un tel appareil font appel à des domaines aussi variés que : la rhéologie linéaire, la mécanique vibratoire, les bases de la RdM, la métrologie, l'analyse numérique.

Les deux parties qui suivent sont consacrées à la description et à l'explication du mode de fonctionnement de ce dispositif.

## 1. Description du banc d'essais harmoniques

### 1.1. Descriptif général et fonctionnalités

Le dispositif est formé de deux parties distinctes (Figure II- 1). Une partie opératoire, appelée banc d'essai, permet la sollicitation mécanique de l'échantillon. Le banc est instrumenté et équipé d'une chambre de conditionnement qui garantit l'immersion et le contrôle de la température de l'échantillon durant l'expérience (Figure II- 2).

Une seconde partie, qui constitue la chaîne d'analyse vibratoire, permet de piloter la partie opératoire, de générer et de traiter les signaux. Cette partie sera détaillée dans le paragraphe suivant.

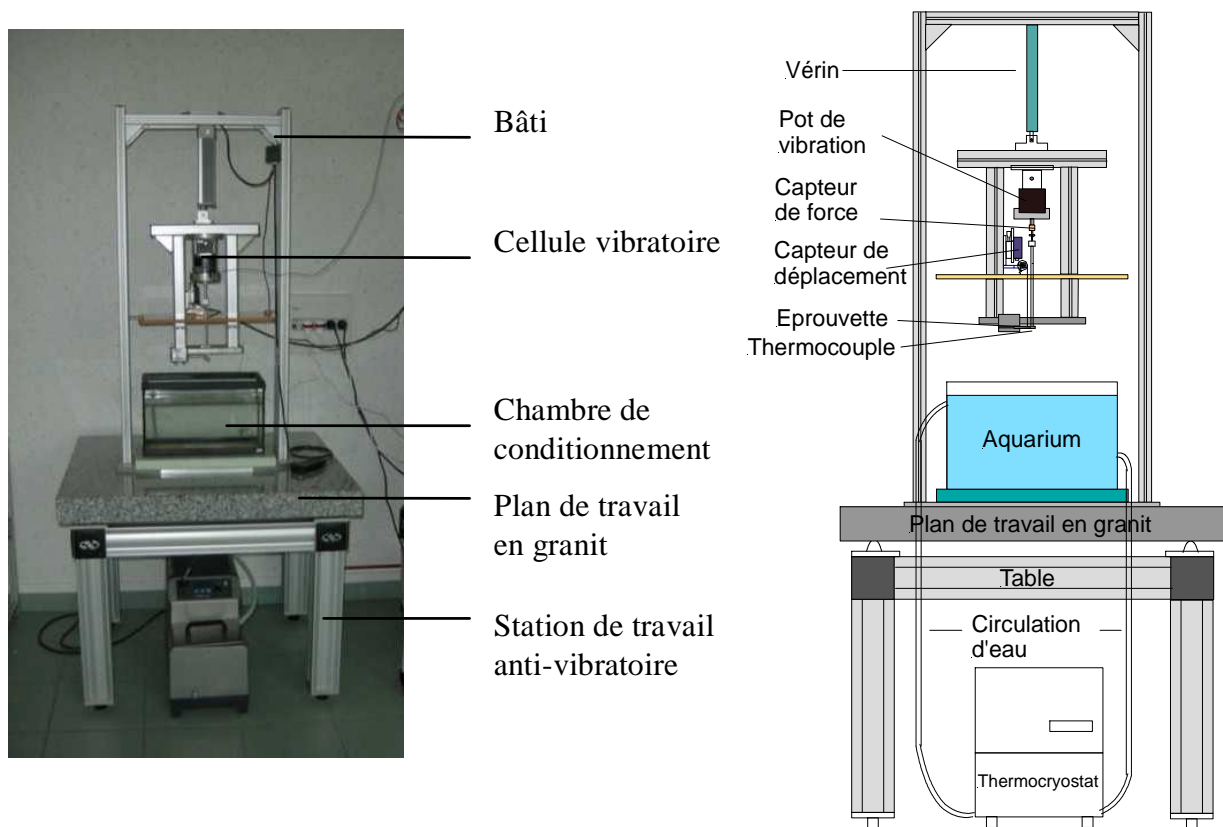


**Figure II- 1 : Dispositif expérimental**

La « cellule vibratoire », qui représente le noyau central du banc d'essai, est à l'origine des sollicitations mécaniques appliquées sur l'échantillon au sein de la chambre de conditionnement.

L'échantillon est sollicité dans une configuration Cantilever au sein de cette cellule. Il s'agit d'un essai de flexion simple encastrement. Un pot vibrant électrodynamique impose une force harmonique à l'échantillon. La force appliquée à l'échantillon ainsi que sa déflexion sont mesurées indépendamment. L'évolution du déphasage entre ces deux signaux, représentatif de la capacité d'amortissement du matériau, est alors suivie au cours du temps. Rappelons que l'ensemble des tests se déroule dans la chambre de conditionnement à température contrôlée.

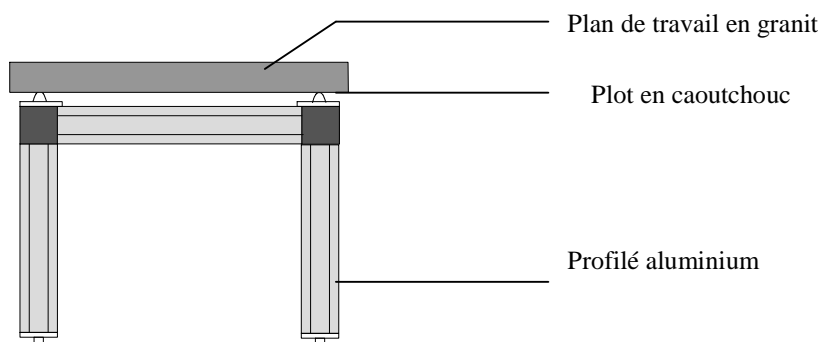




**Figure II- 2 : Descriptif du banc d'essai**

**1.1.1. La station de travail antivibratoire**

Le système de sollicitation, repose sur une station de travail antivibratoire (Figure II- 3). La station, de la marque Newport, est une table formée d'une structure en profilé aluminium qui confère rigidité et légèreté à l'ensemble. Quatre plots en caoutchouc sont fixés sur la partie supérieure dans le prolongement des pieds, afin d'amortir les vibrations parasites. Ils supportent un plan de travail massif en granit ( $90 \times 80 \times 8 \text{ cm}^3$ ) d'environ 160 kg qui permet d'augmenter l'inertie du système afin de mieux l'isoler des perturbations extérieures.



**Figure II- 3 : Schéma de la table antivibratoire**

Les raccordements du système vibratoire avec les appareils extérieurs et en particulier avec le thermocryostat sont également conçus de manière à minimiser la transmission du bruit extérieur vers la cellule vibratoire.

### **1.1.2. La chambre de conditionnement**

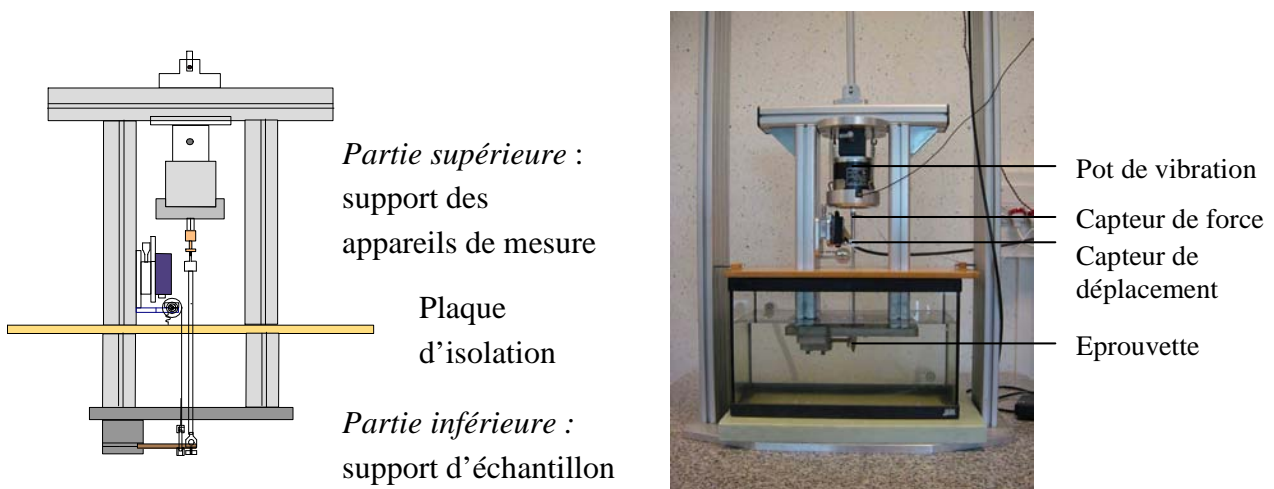
L'échantillon est immergé dans un bain thermostaté (5 à 95°C). Il s'agit en fait d'un aquarium en verre trempé (40x25x20 cm<sup>3</sup>) rempli d'eau. Cet aquarium possède une entrée et une sortie afin d'assurer une circulation de l'eau pendant les expériences et ainsi permettre l'homogénéisation de la température dans l'ensemble du récipient. Une plaque isolante en polystyrène expansé de 30 mm d'épaisseur est placée en dessous de l'aquarium afin d'isoler thermiquement le bâti. Ce système présente l'avantage majeur de laisser l'échantillon visible pendant l'expérimentation.

La température de l'eau de l'aquarium est régulée grâce à un thermocryostat Huber de type ministat 230. Doté d'une puissance de chauffage de 2000 W, il assure un contrôle de la température avec une précision au dixième de degré. Il est muni d'une pompe qui assure un débit important (le débit maximal est de 18 l/min) et donc une régulation en température de l'échantillon efficace dans l'aquarium. Cet appareil peut être contrôlé par un PC grâce à un port RS232.

### **1.1.3. La cellule vibratoire**

La cellule vibratoire constitue le noyau du dispositif. Elle comporte le pot vibrant, les éléments de métrologie et le support d'échantillon (Figure II- 4).

La cellule vibratoire est formée d'une armature rectangulaire. Les montants verticaux et la traverse supérieure sont en profilé aluminium, la partie inférieure est constituée d'une épaisse plaque d'aluminium qui permet de fixer le support d'échantillon.



**Figure II- 4 : Les détails de la cellule vibratoire**

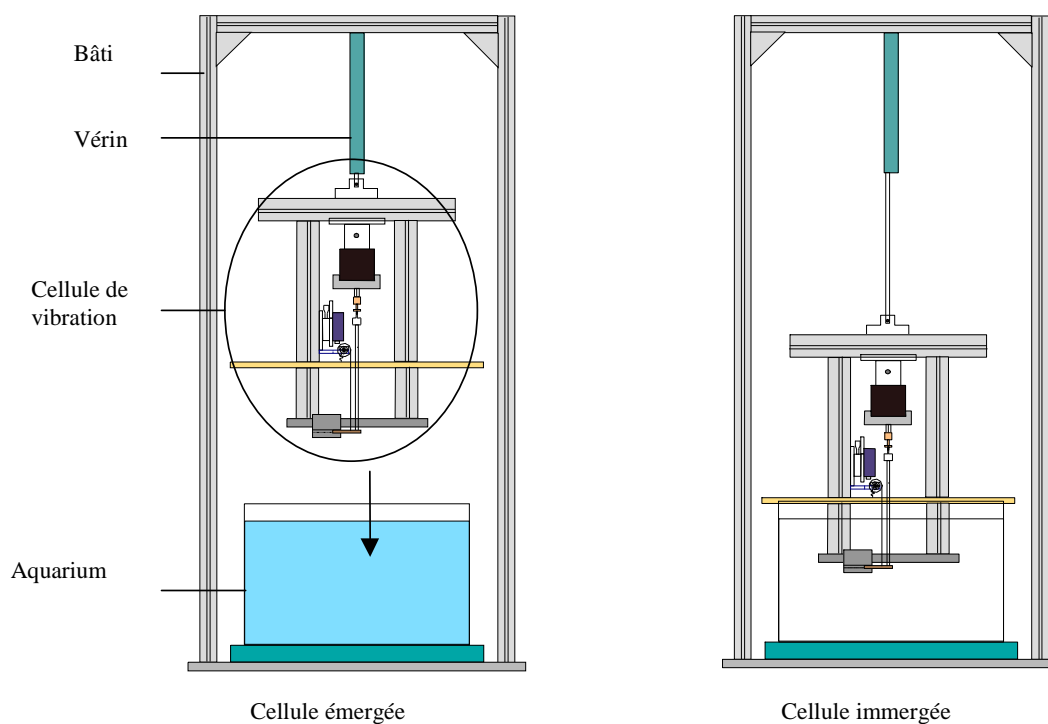
On distingue la partie supérieure de la partie inférieure qui sera immergée dans le bain durant l'expérience. La partie supérieure supporte les appareils de mesure.

Ces deux parties sont séparées par une plaque en PET (Polyéthylène téréphthalate) résistant à des températures dépassant 120°C, qui vient s'appuyer sur la partie supérieure de l'aquarium. La continuité entre les montants verticaux est assurée par des tiges filetées en nylon vissées au sein des profilés. Le PET et le nylon sont de mauvais conducteurs thermiques. Ils limitent donc la diffusion de la chaleur dans la partie supérieure de la cellule et permettent d'isoler les appareils de mesures sensibles aux variations de température.

Le pot d'accélération est fixé à la traverse supérieure de la cellule vibratoire. Les vibrations engendrées par le pot sont transmises à l'échantillon par l'intermédiaire d'un tube inox qui traverse la plaque en PET et d'un mors de flexion conçu pour l'occasion.

La cellule vibratoire est supportée par un portique d'environ 1 m de haut et 50 cm de large. Le portique est fixé dans sa partie inférieure à une épaisse plaque métallique qui permet d'asseoir et stabiliser l'ensemble.

La liaison entre le portique et la cellule vibratoire est réalisée grâce à un vérin électrique. Il permet le déplacement vertical de la cellule de vibration. En effet, pour des commodités de manipulation et en particulier pour la mise en place de l'échantillon, la cellule doit pouvoir émerger du bain (Figure II- 5). Le guidage de cette cellule se fait par l'intermédiaire de tiges filetées qui coulisent dans les rainures du portique.



**Figure II- 5 : Immersion de la cellule vibratoire**

#### **1.1.4. Caractéristiques des échantillons**

La modularité de l'appareil développé permet de tester des échantillons de *nature* et de géométrie variables. Le WAVE<sup>T</sup> est par nature dédié au bois, mais il est également tout à fait adapté à d'autres matériaux (polymères classiques, composites et plus particulièrement à tout matériau hygroscopique).

Comme nous l'avons précisé dans l'introduction, une des volontés majeures est de mettre au point un dispositif qui permette d'obtenir le maximum d'informations sur le comportement viscoélastique du bois. Or, nous savons que le dépouillement des résultats et donc la pertinence des propriétés du matériau déterminées dépendent directement du mode de sollicitation et de la *géométrie* des échantillons. Par exemple, le dépouillement des résultats expérimentaux est plus simple dans le cas d'éprouvettes isocontraintes que dans le cas d'éprouvettes parallélépipédiques. Ainsi, dans ce souci de précision, de liberté et d'amélioration perpétuelle, nous avons souhaité que l'appareil puisse accueillir des échantillons de géométrie variable. Nous reviendrons sur ces considérations mécaniques et géométriques dans la suite de ce manuscrit.

Les *dimensions* des échantillons que peut accueillir le WAVE<sup>T</sup> sont les suivantes :

- longueur : 70 à 120 mm
- largeur : 5 à 20 mm
- épaisseur : 2 à 10 mm

Un des avantages majeurs de ce type d'appareil par rapport aux appareils « clé en main » du commerce réside dans son pouvoir d'adaptation. En effet, à raison de quelques modifications, il est possible d'élargir ces plages de dimensions.

Une des particularités majeures du bois est sa forte anisotropie. Le dispositif est parfaitement adapté à la mesure des propriétés viscoélastiques d'échantillons de bois dans les *directions transverses* (radiale et tangentielle). Comme nous l'avons souligné dans l'analyse bibliographique, les mesures dans la direction longitudinale pour du bois vert sont délicates. En effet, dans le cas de la direction longitudinale, l'échantillon est comprimé au niveau de l'encastrement dans le plan transverse, et dans cette direction, la résistance mécanique du bois à la compression est faible. Les effets de l'écrasement de l'échantillon sont majeurs et se répercutent directement sur les mesures qui sont alors largement faussées. Ces effets sont amplifiés lors de l'activation thermique.

L'ensemble du travail qui va suivre porte donc sur les directions du plan transverse. Et il peut être bon de rappeler, que finalement, les propriétés viscoélastiques mises en œuvre dans la plupart des procédés de transformation du bois (déroulage, séchage,...) sont celles du plan transverse. Et même dans le domaine de la construction où la connaissance des propriétés longitudinales est primordiale pour le dimensionnement des structures, nous constatons souvent que les points délicats et finalement limitant se situent au niveau des assemblages, où le bois est sollicité dans ses directions transverses. Le fait de travailler uniquement dans le plan transverse est donc une première approche tout à fait justifiée.

### *1.1.5. Plages de mesure*

Le comportement rhéologique du bois dépend directement de la fréquence de sollicitation. Ainsi, lors d'un essai, plus la gamme de fréquence est large, plus l'évaluation du comportement viscoélastique de l'échantillon est complète. Nous l'avons vu dans le chapitre précédent, parmi les méthodes de mesure des propriétés viscoélastiques du bois, rares sont celles qui s'étendent sur plus de 3 décades. Les études qui se déroulent sur de plus larges plages ont recours à plusieurs méthodes complémentaires. Le WAVE<sup>T</sup> fonctionne à basse, voire très basse fréquence. Il est capable d'effectuer des mesures de  $5.10^{-3}$  Hz à 10 Hz. Avec cette gamme de fréquence, celui-ci présente donc un bon niveau de performance et assure ainsi une étude du matériau dans une large fenêtre temporelle sans les imprécisions dues au changement de matériel.

Pour la caractérisation du bois, il est particulièrement intéressant de faire des mesures à basse fréquence. En effet, d'après l'équivalence temps-température, que nous avons évoqué dans le premier chapitre, le comportement des polymères aux basses fréquences est équivalent à leur comportement aux hautes températures. Ainsi, en travaillant à basse fréquence, nous pouvons caractériser le comportement viscoélastique du bois, sans que celui-ci ne soit altéré par une dégradation thermique trop importante.

Malheureusement, les expérimentations des matériaux à basse fréquence sont peu courantes. Et il est difficile de se procurer des matériels de laboratoire capable de fonctionner en dessous de 1 Hz. Certaines dispositions ont dû être prises afin d'élargir la plage de fonctionnement de certains appareils. Nous y reviendrons dans le chapitre suivant.

Le système permet d'appliquer des contraintes de l'ordre de **0.01 à 4 MPa**. Notre étude se limite aux petites déformations et à pour vocation de s'intéresser uniquement au domaine viscoélastique linéaire.

Dans la plupart des cas la contrainte maximale appliquée à l'échantillon ne dépasse pas 0.5 MPa. D'après Kollman et Côté, la plus petite contrainte de rupture en flexion correspondant à une charge perpendiculaire aux fibres est de l'ordre de 1 MPa (bois humide à forte température). En fixant le seuil à 0.5 MPa, on s'assure donc de ne pas appliquer des niveaux de contrainte supérieurs à 50% de la contrainte de rupture.

L'appareil permet de mesurer une déflexion maximale de l'échantillon de +/-2 mm au micromètre près. Pour ce qui est de la température, le dispositif permet de tester du bois saturé en eau dans une plage s'étendant de **5 à 95°C**. Les bornes sont ici fixées par les limites de changement d'état de l'eau à la pression atmosphérique.

## 1.2. Configuration mécanique

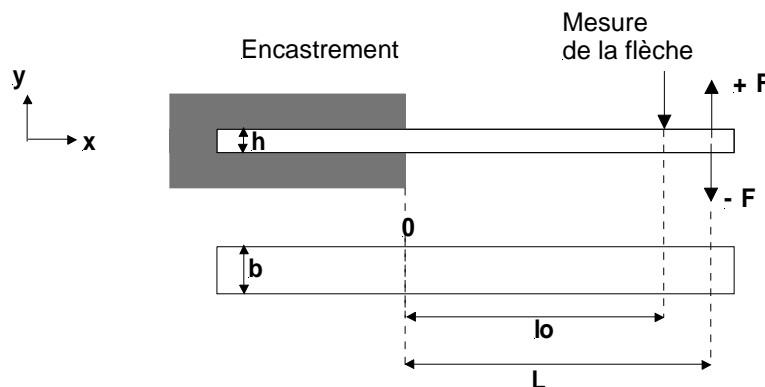
### 1.2.1. Choix du mode de sollicitation mécanique

Concernant les essais mécaniques, le choix du mode de déformation est primordial. Dans le cas particulier des essais harmoniques, il doit assurer les mouvements alternatifs et doit également faciliter l'exploitation des résultats. Les protocoles qui combinent plusieurs modes de sollicitation sont souvent compliqués à exploiter. De plus, ils amplifient l'erreur due aux approximations faites lors du passage de la mesure physique, informations de type global (force, déplacement), aux grandeurs mécaniques de type local (contrainte, déformation), nécessaires à la détermination des propriétés mécaniques du matériau.

Parmi les différents modes de sollicitation (compression, traction, flexion, cisaillement, torsion...), la flexion simple encastrement est un mode générique bien adapté pour caractériser des matériaux rigides, hautement élastiques tels que les métaux, les céramiques et les polymères. En effet dans les tests de flexion simple encastrement, la déflexion est importante et est plus facile à mesurer. Ils sont également particulièrement bien adaptés pour des essais harmoniques. Les essais de cisaillement sont plutôt réservés aux liquides visqueux et aux élastomères. Les essais de compression génèrent d'importantes erreurs, souvent attribuées aux problèmes de lubrifications des surfaces. La torsion est un bon choix géométrique, mais requiert des échantillons relativement important en terme de dimensions.

Bien qu'elle soit plus facile à mettre en œuvre dans le cas de mouvements harmoniques, la flexion double encastrement présente l'inconvénient majeur de cumuler les effets de deux encastresments, ce qui rend l'analyse des résultats plus difficile.

Les systèmes de flexion 3 ou 4 points sont connus pour être des modes de déformation plus « purs » que les systèmes de flexion encastree. En effet, l'échantillon repose sur des appuis simples et dans ce cas on s'affranchit des problèmes provoqués par les encastresments. Le mode de flexion 4 points est le seul mode qui permette de mettre en œuvre de la flexion pure. Dans le cas d'essais harmoniques, ce mode de déformation est difficile à mettre en œuvre : l'échantillon doit être sollicité en flexion alternée en ne reposant que sur de simples appuis. La seule solution pour éviter que l'échantillon ne quitte ses appuis est de lui appliquer une précontrainte. Dans cette configuration, les mesures de déplacement sont faussées par le fluage engendré par la précontrainte et également par les inévitables glissements de l'échantillon sur les appuis. Pour ces différentes raisons, cette option n'a pas été retenue.



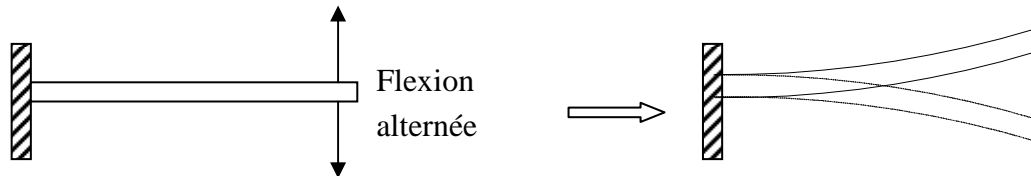
$h$  : épaisseur de l'échantillon (m)

$b$  : largeur de l'échantillon (m)

$l_0$  : distance du support de l'échantillon au point de mesure de la déflexion (m)

$L$  : distance du support de l'échantillon au point d'application de la force (m)

$F$  : force (N)



**Figure II- 6 : Schéma du mode de déformation : flexion simple encastrement**

Dans ce mode de flexion avec simple encastrement (Figure II- 6), l'échantillon est encastéré à une extrémité ( $x = 0$ ) et sollicité à l'autre extrémité ( $x = L$ ). On mesure la force en  $x = L$  et le déplacement en  $x = l_0$ .

### **1.2.2. Mise en œuvre des mors de flexion simple**

#### **1.2.2.1. La partie mobile des mors :**

Pour réaliser des essais dynamiques, à force moyenne nulle, dans une configuration de flexion simple encastrement, la conception des mors de sollicitation s'est révélée assez sophistiquée.

En effet, dans le cas d'essais statiques en flexion simple, l'échantillon est sollicité au niveau de son extrémité libre par l'intermédiaire d'une masse suspendue ou d'un index qui lui infligent un certain effort localisé. En dynamique, imposer une force ou une déformée à l'échantillon est autrement plus complexe. Si l'on considère le cas particulier des sollicitations harmoniques, les mors mobiles doivent appliquer à l'échantillon des mouvements alternatifs, sans jeu, tout en assurant la libre rotation de l'échantillon. Si ces impératifs de mise en œuvre ne peuvent être respectés, il faut avoir recours à des essais de flexion en double encastrement avec une déformée beaucoup plus compliquée et les difficultés d'exploitation des résultats que cela engendre.

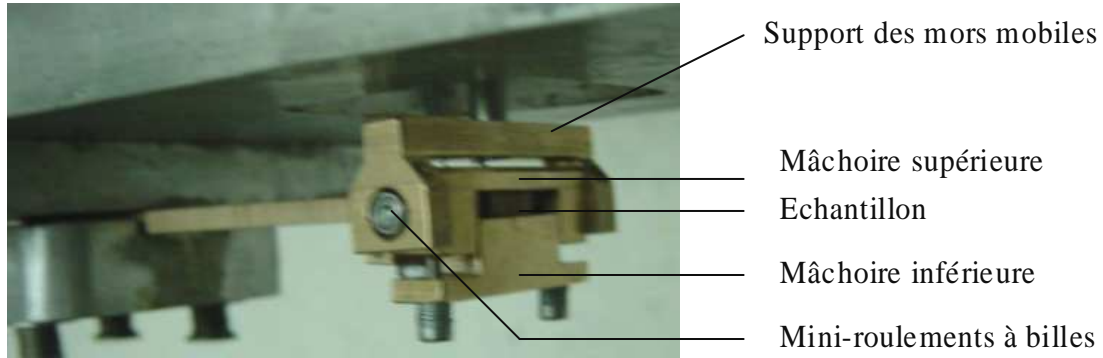
Ces mors répondent à un grand nombre de contraintes, parfois contradictoires, imposées par les différents rôles qu'ils doivent remplir et par les conditions expérimentales drastiques. En effet, les mors sont plongés dans un milieu aqueux pouvant contenir des extractibles fortement corrosifs, et soumis à des températures de l'ordre de  $100^{\circ}\text{C}$ , propices aux phénomènes de dilatation.

Aux contraintes mécaniques, thermiques et chimiques, s'ajoutent des contraintes dimensionnelles et de poids liées au fonctionnement de la chaîne vibratoire.

La conception de tels mors a fait l'objet d'une longue réflexion avec production de plusieurs prototypes. Il est ressorti de ces diverses tentatives que les moindres frottements et jeux du système de sollicitation se ressentent au niveau de la déformation de l'échantillon et de la

qualité des courbes obtenues. Il fut donc primordial d'avoir recours à un système pour lequel les frottements sont négligeables.

La solution retenue est un mors mobile constitué de deux mâchoires reliées à un support par l'intermédiaire d'axes et de roulements à billes (Figure II- 7). L'ensemble est réalisé en bronze et est suffisamment rigide pour encaisser les efforts transmis sans se déformer.



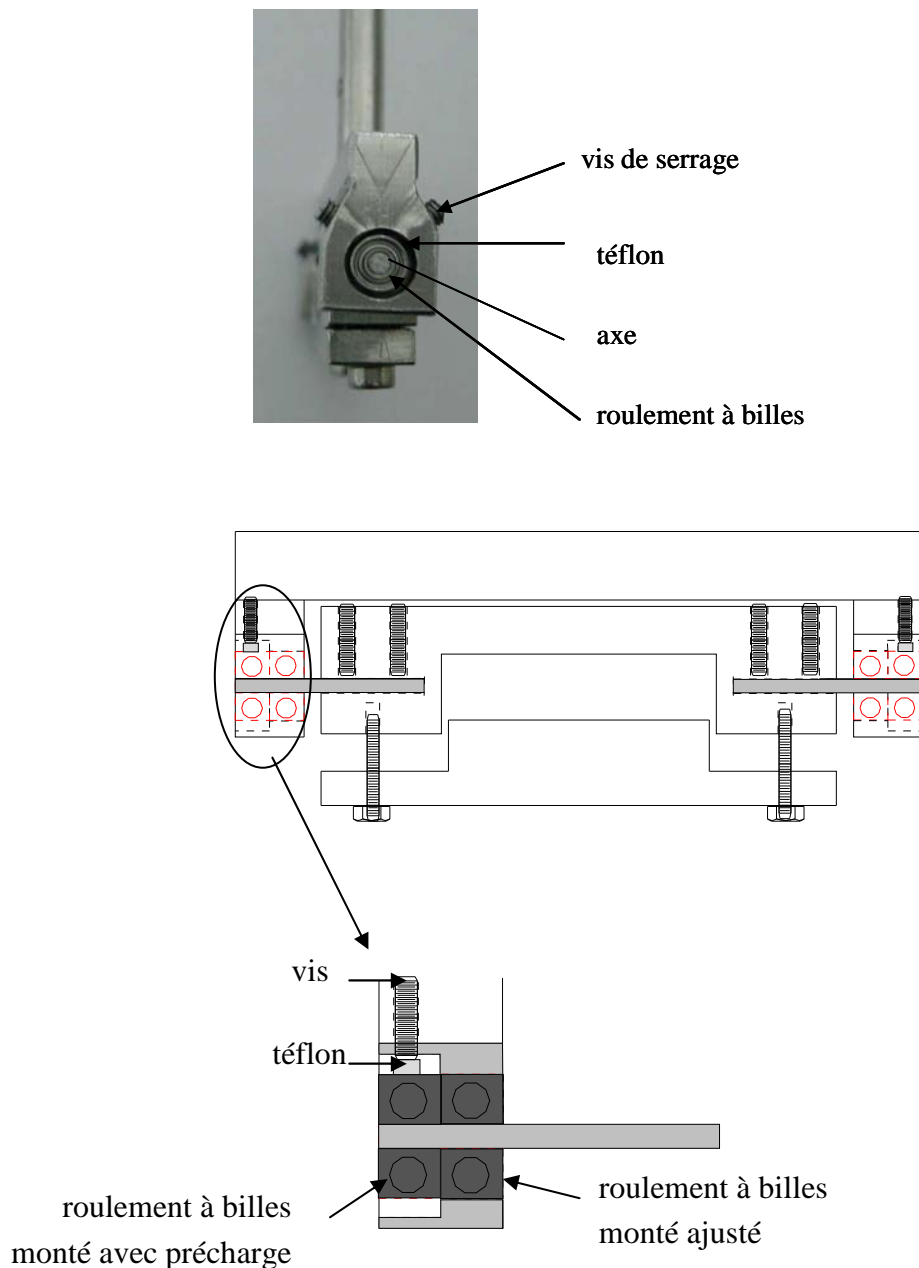
**Figure II- 7 : Les mors de sollicitation**

La mâchoire supérieure est reliée au support fixe par deux axes articulés par des roulements à billes. L'échantillon est comprimé entre les deux mâchoires, grâce à deux vis qui permettent de les refermer. L'axe d'articulation des roulements se situe à la même hauteur que la fibre neutre de l'échantillon, et assure ainsi l'application d'une force moyenne nulle. La conception du montage des roulements à billes est assez subtile (Figure II- 9).



**Figure II- 8 : Articulation de la partie mobile des mors de sollicitation**



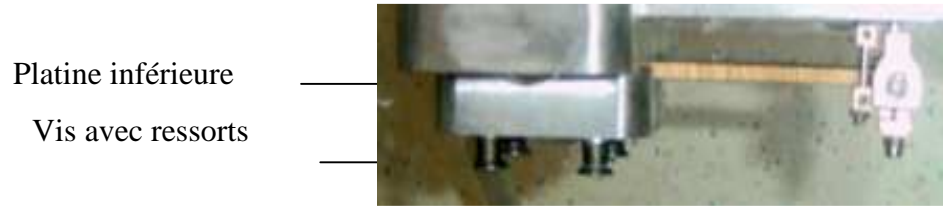


**Figure II- 9 : Détail du montage des roulements à billes**

En effet, les roulements à bille doivent présenter un jeu radial suffisant afin que les billes ne se bloquent pas dans la cage en cas de dilatation thermique. Or, pour des raisons de précision des mesures de déplacement, aucun jeu ne peut être toléré. Ainsi, de chaque côté du support, les roulements à bille sont doublés, le roulement extérieur est monté avec précharge, le second est ajusté. La précharge est appliquée par l'intermédiaire de 2 vis, qui viennent s'appuyer sur la cage extérieure du roulement. Un morceau de téflon est intercalé entre la vis et la cage, il permet d'encaisser les éventuelles dilatations thermiques (Figure II- 9). Il s'agit de roulements miniatures en acier inoxydable austénitique résistant à des températures de 150°C.

### 1.2.2.2. La partie fixe des mors

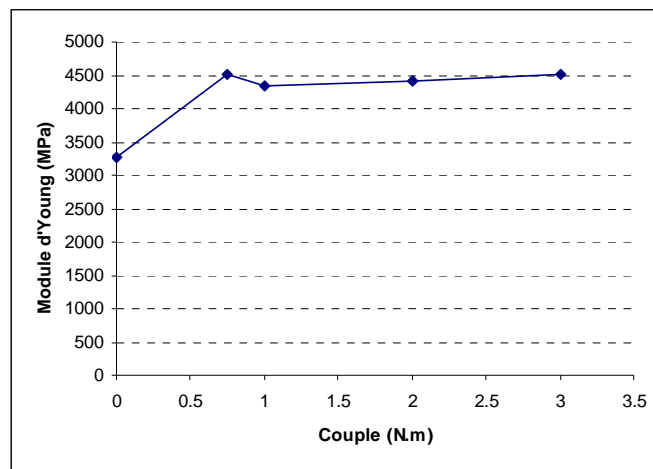
A l'autre extrémité, l'échantillon est encastré entre deux platines (Figure II- 10). Les platines sont serrées à l'aide de quatre vis.



**Figure II- 10 : Le support d'échantillon**

Un encastrement parfait n'existe pas vraiment. En effet, celui-ci suppose qu'il n'existe aucune déformation de l'échantillon au-delà de l'endroit où celui-ci s'insère dans les mors. En fait, il existe forcément des déformations à l'intérieur de l'encastrement, qui sont négligeables ou non selon la qualité de ce dernier.

Au niveau de cet encastrement (comme au niveau du mors articulé), la montée en température au cours de l'expérience peut engendrer l'écrasement du bois (qui se ramollit), ainsi que la dilatation des parties métalliques. L'ensemble de ces évolutions peut être à l'origine de jeux au niveau des surfaces de contact. Pour limiter l'effet de ces phénomènes, les vis de serrage sont montées avec des ressorts, qui permettent d'assurer en permanence le bon encastrement de l'échantillon (Figure II- 10). Ces vis sont serrées avec un couple constant adapté au matériau testé. Le couple minimal à appliquer aux vis pour obtenir un encastrement convenable a été déterminé expérimentalement. La figure suivante donne la valeur du module d'Young mesurée pour un échantillon de PVC en fonction du couple de serrage des vis assurant l'encastrement. On peut déduire de ce graphique de la Figure II- 11 le couple optimal à appliquer afin d'obtenir un encastrement correct.



**Figure II- 11 : Evolution du module d'Young en fonction du couple de serrage des vis de l'encastrement**

L'écrasement de l'échantillon au niveau de l'encastrement peut engendrer une déflexion supplémentaire. Un calcul analytique a été réalisé de manière à estimer l'erreur commise lors du calcul de la déformée en négligeant l'écrasement de l'échantillon. Ce calcul est détaillé dans l'**Annexe I**. Il montre que l'erreur commise en négligeant ce phénomène est de l'ordre de quelques pourcents.

### *1.2.3. Le système de mesure de la déflexion*

#### *1.2.3.1. Les prérequis d'une mesure fiable*

Tout comme les mors de sollicitation, le système de mesure du déplacement doit répondre à des contraintes fortes qui lui imposent d'être :

- **non perturbateur** : la mesure de la déflexion ne doit pas perturber le déplacement de l'échantillon ;
- **résistant aux conditions agressives de la chambre de conditionnement**. Le système doit fonctionner dans un milieu aqueux de composition variable (évolution de la teneur en extraits de bois au cours de l'expérimentation) et de température variable ;
- **adapté aux mesures dynamiques**. Il doit permettre les mesures pour des fréquences allant jusqu'à 10 Hz. Il est également important que le système de mesure employé n'entre pas en résonance pour les fréquences de sollicitation utilisées. Nous reviendrons en détails sur ce dernier point dans le chapitre suivant ;
- **précis**. Le déplacement de l'échantillon pouvant être inférieur au millimètre, la résolution du système de mesure en question doit être de l'ordre du micromètre.

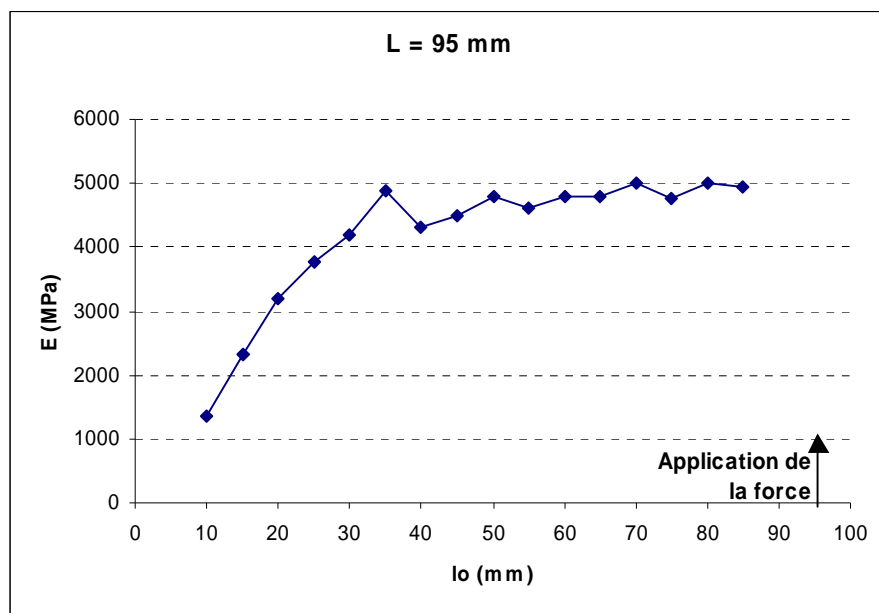
Parmi les systèmes de mesure classiques, aucun ne semble répondre à l'ensemble de ces exigences. La solution retenue a consisté à déporter la mesure du déplacement en dehors de la chambre de conditionnement afin de s'affranchir des contraintes hygrothermiques. Il va sans dire que cette mesure indirecte doit se faire sans modification ni perte d'informations.

De nombreuses solutions ont été envisagées et plusieurs prototypes testés. Ces essais ont été riches d'enseignement et nous ont permis de mettre au point un système hybride optimal dans cette configuration.

Dans le souci permanent d'optimiser les performances du dispositif WAVE<sup>T</sup>, nous avons pris soin de différencier l'emplacement où s'effectue la mesure de déplacement de celui où est appliquée la sollicitation. En effet, on considère classiquement que les résultats de la Rdm ne s'appliquent valablement qu'à une distance suffisamment éloignée de la région d'application des efforts intenses (2 à 3 fois la largeur de la section normale) : c'est l'hypothèse de Barré de Saint-Venant. « Pour tout système de forces appliquées dans une section droite S d'une poutre, on admet que les contraintes et les déformations qui en résultent dans l'ensemble de la poutre ne dépendent pas de la répartition effective des forces dans S mais seulement de la

définition globale de ces forces, c'est-à-dire du torseur associé. Cette hypothèse est valable sur l'ensemble de la poutre, sauf au voisinage immédiat de la section dans laquelle les forces sont appliquées. ». Notons que certains appareils vendus « clé en main » ne respectent pas ces précautions élémentaires.

D'un autre côté, nous travaillons avec des petits déplacements et la mesure de la déflexion doit se faire à un niveau où le déplacement est suffisamment perceptible pour être mesuré précisément, c'est à dire relativement proche du point où l'on applique la force. La détermination de l'abscisse de la mesure a été effectuée expérimentalement. Le déplacement d'un échantillon sollicité, est mesuré à diverses abscisses grâce à un balayage avec un capteur laser. Les résultats sont présentés sur la Figure II- 12.



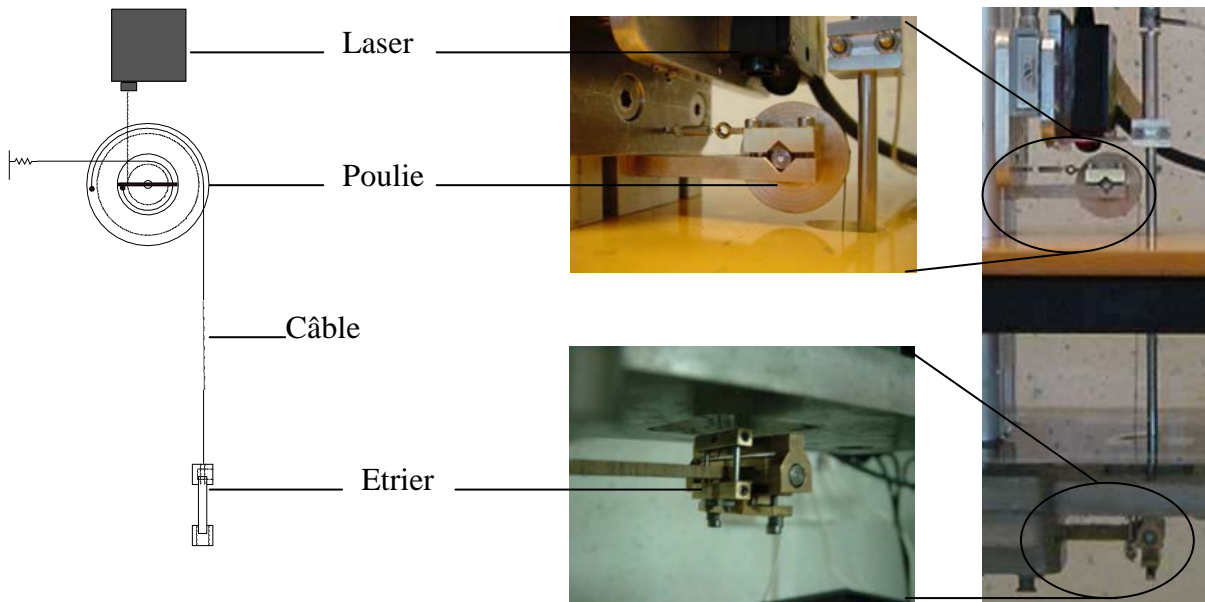
**Figure II- 12 : Evolution du module d'Young en fonction de la distance à l'encastrement (L = 95 mm)**

L'effet de l'encastrement est flagrant. L'échantillon mesurant 7 mm de large, on constate que les résultats ne sont valables qu'à une distance supérieure à 4 fois la largeur de la section.

A proximité des mors de sollicitation, la mesure de la déflexion est en pratique difficile (problème d'encombrement). La dernière mesure réalisée ( $l_o = 85$  mm) se situe à environ 10 mm de la partie mobile des mors. Elle ne laisse pas présager un effet aussi important que pour l'autre extrémité (l'encastrement est articulé et la surface d'encastrement est réduite de ce côté). En conséquence, la mesure du déplacement est effectuée à une dizaine de mm du point d'application des efforts.

**1.2.3.2. Description détaillée du système retenu**

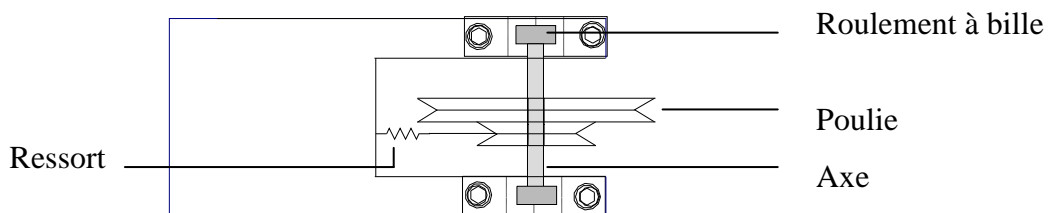
La mesure est déportée hors de la chambre de conditionnement grâce à un système formé d'un étrier, d'un câble, d'une poulie et d'un ressort.



**Figure II- 13 : Schéma et photos du système de mesure du déplacement**

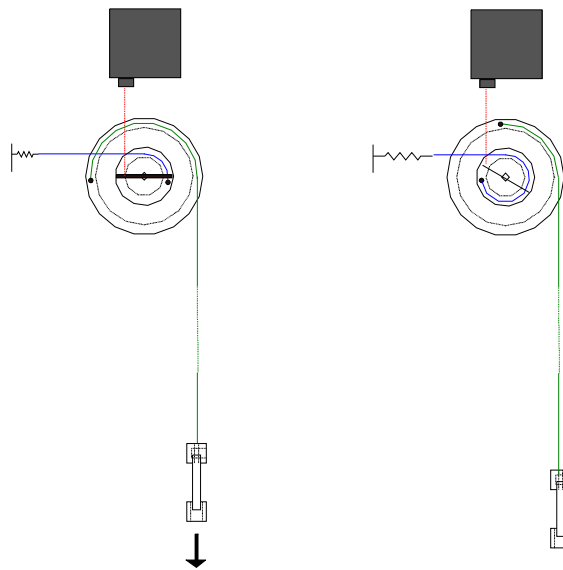
Un câble vertical est lié dans sa partie inférieure à l'échantillon par l'intermédiaire d'un étrier, et dans sa partie supérieure à une poulie (Figure II- 13).

L'axe de la poulie est monté sur des roulements à billes (Figure II- 14). Un ressort attaché à la poulie permet de tendre le câble en question et fournit le débattement nécessaire pour suivre le déplacement de l'échantillon durant l'expérience. La Figure II- 15 illustre ce principe de fonctionnement.



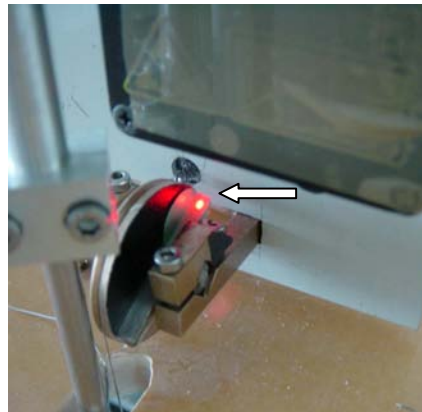
**Figure II- 14 : Schéma des poulies et de leur support**

La déflexion verticale de l'échantillon est donc transformée en un mouvement circulaire au niveau de la poulie.



**Figure II- 15 : Principe de fonctionnement du système de mesure du déplacement**

Le déplacement est mesuré par un capteur laser au niveau d'une cible repérée sur le diamètre horizontal de la poulie, dans sa position initiale (Figure II- 16).



**Figure II- 16 : Détail de la poulie ; le spot laser pointant la cible de la poulie est visible sur cette photo.**

Toujours soucieux de la qualité des mesures, nous avons pris un certain nombre de précautions relatives à ce système de mesure du déplacement.

- frottement et jeu des roulements à billes

Les roulements à billes utilisés présentent un très faible jeu en direction radiale. Malgré cela, et afin de s'affranchir de toutes imprécisions, les roulements à billes sont montés avec précharge. Les forces de frottements au niveau des roulements à billes, étant plus faibles que celles des systèmes de guidage linéaire classiques (paliers, douilles à billes), elles ont été négligées.

- tension du câble

La tension du câble est assurée grâce à un ressort via la poulie. L'inconvénient majeur du ressort est que la force varie en fonction de l'allongement ( $F = k.x$ ).

La force de rappel du ressort est difficile à prendre en compte dans le calcul de la déflexion de l'échantillon puisqu'elle varie avec l'amplitude du déplacement, avec le temps (vieillessement du ressort) et en fonction de la température. Ce type de correction risque davantage de fausser les mesures plutôt que de les améliorer. Il est donc plus raisonnable de se placer dans des conditions qui permettent de négliger cette force de rappel. Le système est conçu pour être le plus léger possible. Un ressort de faible raideur est choisi pour tendre le câble et suivre les mouvements de l'échantillon. Plusieurs précautions ont également été prises de manière à limiter les variations de la force en fonction de l'amplitude du déplacement. Le diamètre de la poulie est fortement réduit au niveau de l'attache du ressort, le déplacement du ressort induit par la déflexion de l'échantillon est donc minime. Les variations de la force induite par les petits déploiements d'un ressort de faible raideur sont ainsi peu élevées et les éventuelles perturbations liées à la résonance repoussées vers les hautes fréquences.

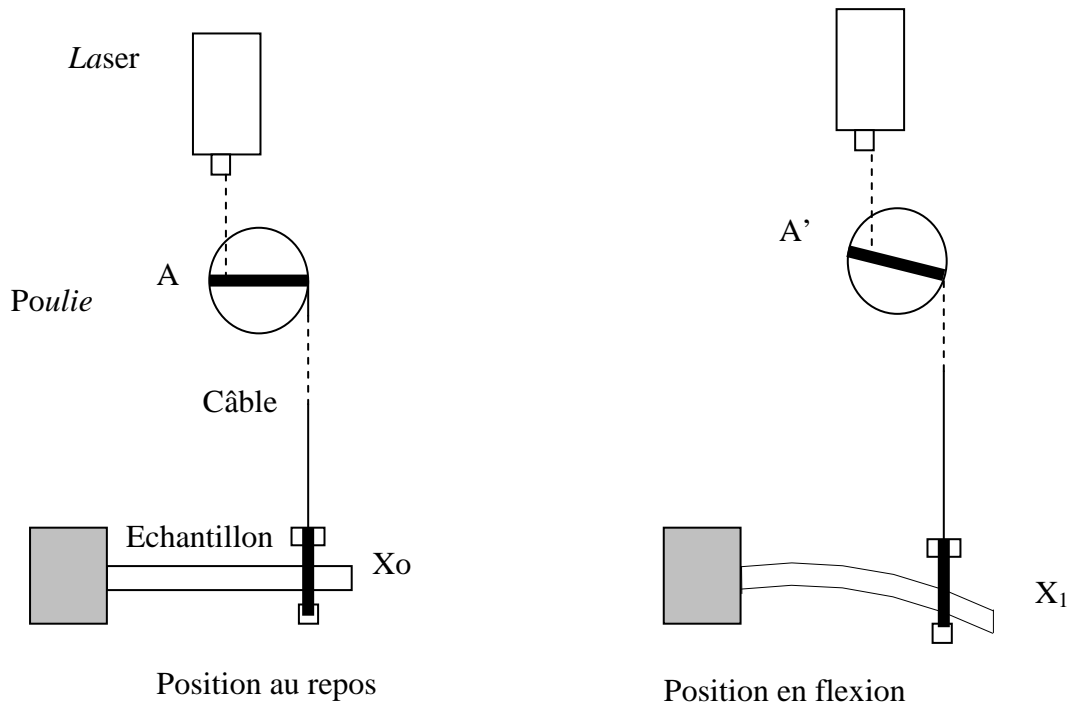
La validité de ces approximations a été vérifiée en mesurant la force générée par le système de mesure du déplacement sur l'échantillon. La force mesurée est au moins dix fois inférieures à celle appliquée par le pot vibrant sur l'échantillon.

- positionnement du laser

La mesure de déplacement au niveau du capteur laser est effectuée par triangulation (voir détail dans le chapitre suivant). Si le capteur est placé parallèlement au diamètre de la poulie, la mesure par triangulation se trouve largement perturbée par les mouvements de la poulie. Nous avons donc pris soin de positionner le capteur perpendiculairement au diamètre de cette dernière.

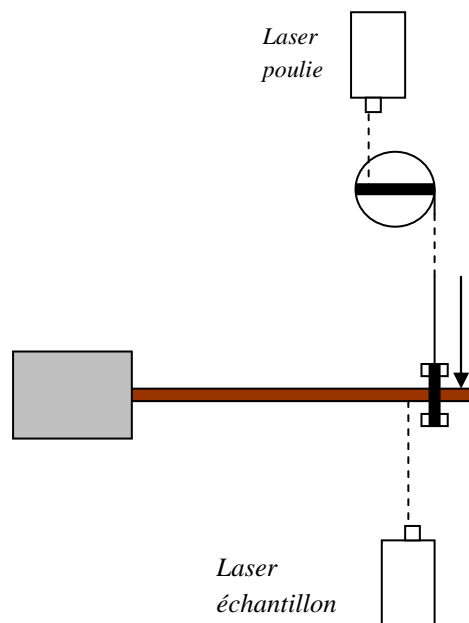
- prise en compte de l'erreur due à la déportation de la mesure

Par l'intermédiaire de ce système, le déplacement vertical de l'échantillon est converti en un déplacement circulaire (Figure II- 17).



**Figure II- 17 : Evolution de la poulie au cours de la déflexion de l'échantillon**

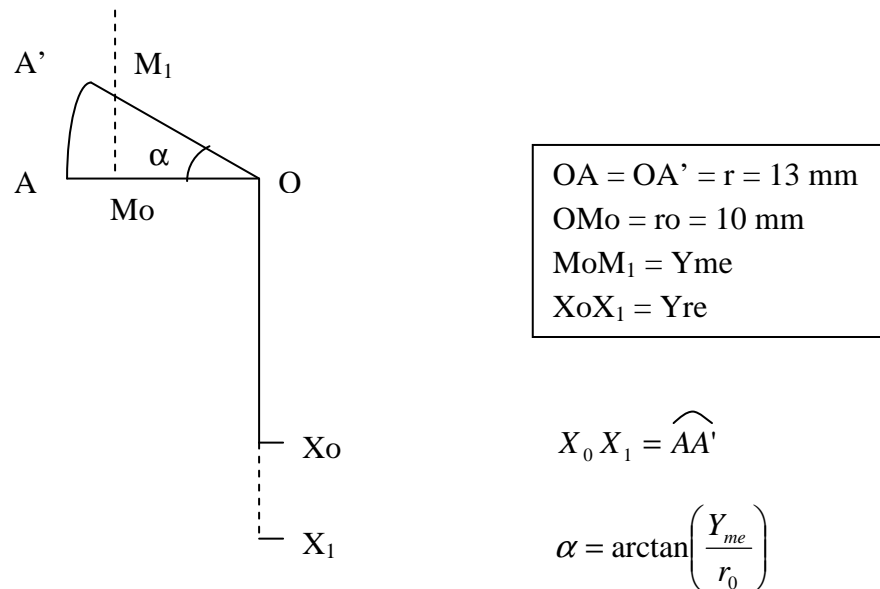
L'écart entre la mesure de déplacement au niveau de la poulie et le déplacement réel varie en fonction de l'amplitude du déplacement. Cet écart a été mesuré par deux lasers identiques. Un premier laser mesure le déplacement au niveau de la poulie, un second directement au niveau de l'échantillon (Figure II- 18). Les mesures sont ramenées à la même origine, puis on applique le théorème de Thalès.



**Figure II- 18 : Comparaison des déplacements au niveau de l'échantillon et de la poulie**



Les valeurs de déplacement enregistrées par chaque laser ont été comparées entre elles. On a constaté que l'écart entre les deux valeurs pouvait être non négligeable et atteindre plus de 30%. Il est possible de prendre en compte cet écart engendré en considérant la géométrie du système de mesure du déplacement. La position horizontale correspond à la position de l'échantillon à force nulle.



**Figure II- 19 : Correction de la mesure du déplacement**

$$Y_{re} = r \cdot \arctan(Y_{me}/r_0)$$

L'expression précédente permet de relier le déplacement réel de l'échantillon ( $Y_{re}$ ) au déplacement mesuré par le laser sur la poulie ( $Y_{me}$ ).

La correction par la formule présentée ci-dessus permet de réduire l'erreur à moins de 3%.

### ▪ intégration de la rigidité du bâti

Comme dans tout appareil de mesure mécanique, la mesure de la déflexion intègre la déflexion propre de l'échantillon mais également la déflexion liée à la complaisance du bâti.

La rigidité du bâti est déterminée à l'aide d'un échantillon très rigide (inox). Théoriquement, la déflexion d'une telle éprouvette est négligeable pour le niveau de contrainte qui lui est appliquée. En mesurant la déflexion effective de l'éprouvette, il est possible de déterminer la rigidité du bâti, nous trouvons une valeur de  $168 \text{ N.mm}^{-1}$

Ainsi, il est possible de prendre en compte dans les calculs la déflexion due au bâti. Cette déflexion est minime, inférieure dans la plupart des cas au pourcent.

#### **1.2.4. Calcul de la déformée de l'échantillon**

Les relations de la RdM (Résistance des Matériaux) permettent de calculer le module d'Young d'un matériau à partir de l'effort et du déplacement, en fonction du mode de sollicitation et de la géométrie de l'échantillon.

Ces relations reposent sur un certain nombre d'hypothèses de la théorie des poutres et de la théorie de l'élasticité, dont les grandes lignes sont rappelées ci-dessous :

- Géométrie des poutres : la longueur de la ligne moyenne est grande devant les dimensions des sections droites (longueur supérieure à 20 fois la plus grande dimension transversale) ;
- Hypothèse de Barré de Saint-Venant : les résultats ne s'appliquent valablement qu'à une distance suffisamment éloignée de la région d'application des efforts intenses (2 à 3 fois la largeur de la section normale) ;
- Les matériaux utilisés sont homogènes, isotropes et suivent une loi de comportement linéaire ;
- Hypothèse des Petites Perturbations (HPP) : les résultats de la théorie de l'élasticité linéaire sont restreints à l'étude des structures en petites déformations, petits déplacements et petites rotations.

Précédemment, nous avons énoncé que seuls les essais de flexion 4 points permettent de mettre en œuvre de la flexion pure (si les mesures de force et de déplacement sont effectuées dans la zone où le cisaillement est nul). Ne pouvant mettre en œuvre que des essais de flexion simple, le principe des calculs de Rdm qui permet de remonter aux propriétés élastiques du matériau, est développé ci-dessous.

Pour déterminer l'expression littérale de la flèche de l'échantillon, l'effet du moment fléchissant (efforts normaux) et celui du cisaillement (efforts tranchants) sont considérés séparément. Le détail du calcul est précisé dans l'**annexe II**.

L'équation de la flèche inspirée des travaux de Timoshenko (1968) et des travaux de Perré & Passard (2005) s'écrit ainsi :

$$H_{tot} = \frac{Fl_0^2(6L-2l_0)}{bh^3E} + \frac{\alpha Fl_0}{bhG}$$

$$H_{tot} = \frac{Fl_0^2(6L-2l_0)}{bh^3E} \left( 1 + \alpha \frac{h^2}{l_0(6L-2l_0)} \frac{E}{G} \right)$$

$$H_{tot} = H_{flex} \left( 1 + \alpha \frac{h^2}{l_0(6L-2l_0)} \frac{E}{G} \right)$$

h : épaisseur de l'échantillon (mm)

b : largeur de l'échantillon (mm)

l<sub>0</sub> : distance du support de l'échantillon au point de mesure de la déflexion (mm)

L : distance du support de l'échantillon au point d'application de la force (mm)

F : force (N)

E : module d'Young (MPa)

G : module de cisaillement ou module de Coulomb (MPa)

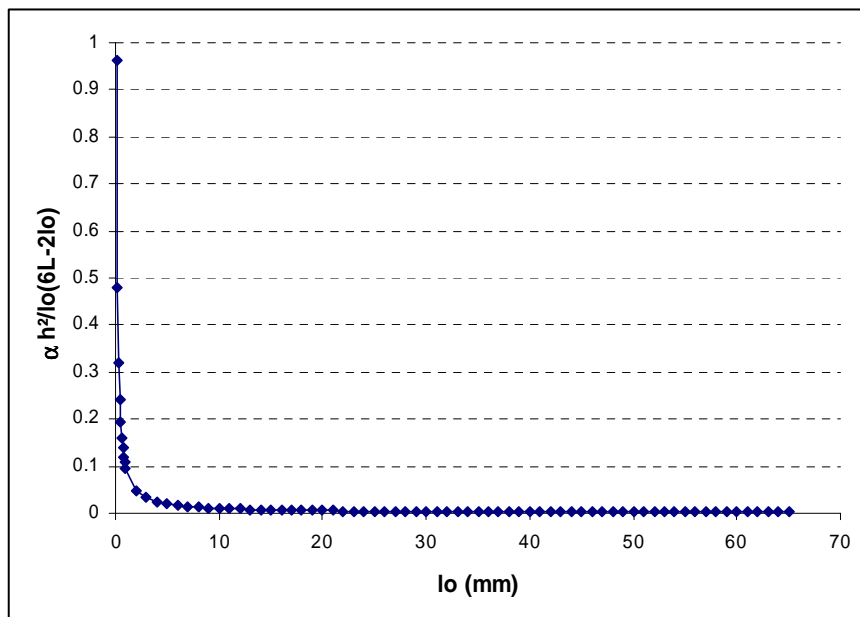
$\alpha$  : facteur numérique lié à la géométrie de la poutre

Nous disposons alors d'une expression précise de la déformée d'un échantillon élastique sollicité dans le domaine linéaire en flexion simple encastrement statique.

Il est possible de montrer que, pour la direction matérielle du bois considérée (directions du plan transverse), et dans cette configuration géométrique, l'effet du cisaillement est négligeable.

Du fait de la forte anisotropie du bois, le quotient E/G peut être plus ou moins important, selon la direction matérielle considérée. Ce quotient est relativement faible pour un bois saturé en eau, dans les directions radiale et tangentielle (Perré & Passard, 2001).

De plus, la géométrie « poutre » ( $L \gg b, h$ ) de l'échantillon minimise également l'influence du terme géométrique  $\frac{h^2}{l_0(6L - 2l_0)}$ .



**Figure II- 20 : Evolution du terme géométrique en fonction de la distance à l'encastrement**

Comme le montre le graphique de la Figure II- 20, l'influence du facteur géométrique n'est perceptible qu'à seulement quelques millimètres de l'encastrement.

Ces deux éléments montrent qu'il est possible de négliger le cisaillement dans cette configuration. Prenons l'exemple d'un échantillon de Chêne testé dans la direction radiale pour calculer l'erreur commise en négligeant le cisaillement.

$\alpha = 3/2$ ,  $L = 65$  mm et  $l_0 = 55$  mm

La valeur de  $G$  est très peu connue pour le bois. Kollmann & Côté donnent un ratio  $E_R/G_{LT} = 2.81$  pour le Chêne (à une teneur en eau proche de 10%). Appliquons un facteur 2 à ce ratio de manière à se placer dans un cas plus défavorable encore, ce qui permet de prendre en compte d'éventuelles variations dues à la température ou à la teneur en eau.

$l_0$ (mm)	$(H_{tot}-H_{flex})/H_{flex}$
0.1	539%
1	54%
5	11%
10	6%
20	3%
30	2.1%
40	1.69%
50	1.45%
55	1.36%

**Tableau II- 1 : Evolution de l'erreur commise en négligeant le cisaillement en fonction de la distance à l'encastrement fixe**

Le Tableau II- 1 montre que l'erreur commise en négligeant le cisaillement au niveau du point de mesure du déplacement est de l'ordre du pourcent.

Ainsi, en première approximation, la déformée s'écrit : 
$$H = \frac{Fl_0^2(6L - 2l_0)}{bh^3 E}$$

Nous venons, au cours de ce paragraphe, d'établir des relations pour des *essais quasi-statiques* de flexion simple.

Comme nous l'avons vu dans le chapitre précédent, dans le cas des *essais harmoniques*, la force et le déplacement sont des fonctions sinusoïdales du temps, qui, en régime établi, peuvent être représentées par la partie réelle des fonctions complexes  $F^*$  et  $H^*$ .

Avec  $E^*$ ,  $F^*$ ,  $H^*$  les expressions complexes respectives du module d'Young, de la force et du déplacement, il est possible d'écrire :

$$H^* = \frac{F^* l_0^2 (6L - 2l_0)}{bh^3 E^*}$$

Pour des fréquences élevées, de l'ordre de la fréquence de résonance du premier ordre de l'éprouvette, la part de l'inertie devient prépondérante, la masse de l'échantillon n'est plus négligeable. Dans ce cas, il convient alors de se référer aux équations de la *dynamique*.

## 2. Caractéristiques de la chaîne d'analyse vibratoire

Nous venons d'achever la partie de ce manuscrit consacrée à la description physique du banc d'essai. Celle-ci a permis de montrer comment il est possible de solliciter un échantillon de bois dans des conditions optimales, en espérant obtenir un maximum d'informations sur les propriétés viscoélastiques thermiquement activées du bois vert.

Il paraît maintenant naturel de s'intéresser à l'élaboration, à la mesure et au traitement des divers signaux de force, de déplacement et de température gérés par l'intermédiaire de la chaîne d'analyse vibratoire.

Dans ce paragraphe, nous nous intéresserons à la synthèse et à la modulation des signaux permettant de solliciter l'échantillon, aux appareils de mesure des différentes grandeurs (force, déplacement, température), ainsi qu'à la capture de ces signaux. Quant à l'analyse du signal et au traitement des données, ils seront développés dans le chapitre suivant.

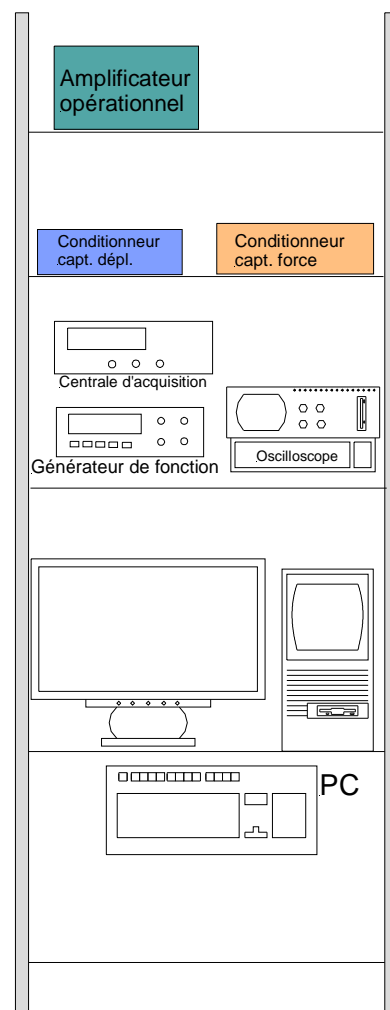
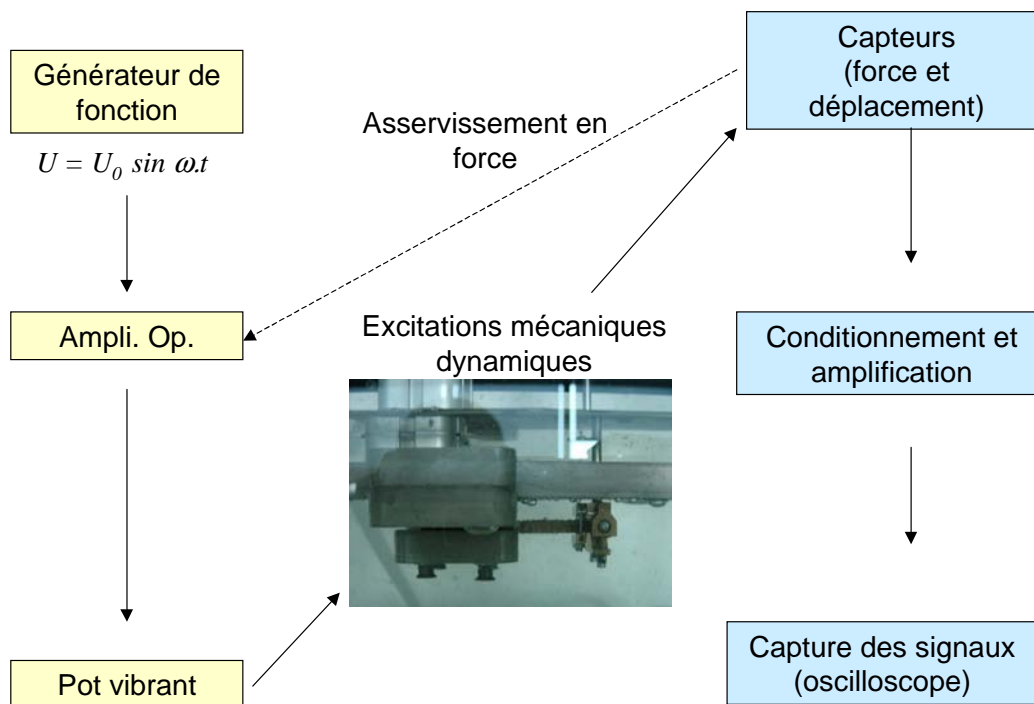


Figure II- 21 : Schéma du dispositif expérimental

La Figure II- 21 décrit la chaîne vibratoire du banc d'essai. L'ensemble des appareils électroniques est rassemblé sur un chariot, qui permet d'isoler et de protéger les appareils des conditions hygrothermiques sévères régnant autour du banc d'essai.

Le principe de fonctionnement de la chaîne d'analyse vibratoire est le suivant (Figure II- 22). Un signal électrique créé par un générateur de fonction est amplifié grâce à un amplificateur de courant suiveur en tension, puis converti en force par un pot vibrant électrodynamique. Le passage du courant fourni par le générateur à travers la bobine du pot vibrant induit une force de Laplace. Cette force est sinusoïdale de même fréquence que la tension délivrée par le générateur. Elle induit un mouvement vibratoire qui est transmis à l'échantillon par l'intermédiaire des mors de sollicitation.



**Figure II- 22 : Principe de fonctionnement de la chaîne d'analyse vibratoire**

La force est mesurée grâce à un capteur de force intégré à l'axe de sollicitation. Il s'agit d'un capteur de force traction/compression extensométrique miniature, munie d'une étendue de mesure de +/-20 N. Ce type de capteur est adapté aussi bien pour des mesures en statique qu'en dynamique.

Pour la déformation, un capteur de déplacement sans contact est utilisé (capteur laser présenté précédemment). Sa faible étendue de mesure (+/-2 mm) et sa bonne résolution (1 μm) sont adaptées aux mesures de vibrations. Le diamètre du spot (0.1 mm) permet de mesurer le déplacement d'une pièce de très petite dimension.

Les signaux de force et déplacement sont conditionnés (filtrés et amplifiés) et capturés au niveau d'un oscilloscope. L'oscilloscope Agilent 54624A a été choisi pour sa technologie MegaZoom qui permet de couvrir des vastes plages de fréquence et d'amplitude tout en

conservant une grande vitesse d'actualisation à l'écran. Il permet de suivre en permanence sur son écran l'évolution des signaux de force et de déplacement.

Les éléments de la chaîne d'analyse vibratoire sont décrits en détails dans les paragraphes suivants, nous insisterons également sur leur mise en œuvre.

### 2.1. L'élaboration des signaux : synthèse et modulation

#### 2.1.1. *Elaboration d'un signal modulable*

Un signal source est émis par un générateur de fonctions Agilent HP 33120A. Le HP 33120A est un générateur de fonctions capable de générer des signaux sinusoïdaux, carrés, triangulaires, en dents de scie et également de forme arbitraire. La plage de fréquence du générateur de fonction s'étend de 100  $\mu$ Hz à 15 MHz.

Dans notre cas, il permet de créer un signal de forme sinusoïdale modulable en fréquence et en amplitude. Il est utilisé sur une plage restreinte de fréquence variant de  $10^{-3}$  à 10 Hz.

#### 2.1.2. *Amplification du signal*

Le signal source est amplifié à l'aide d'un amplificateur opérationnel suiveur 1/1 conçu et fabriqué par le laboratoire pour ce dispositif. Le gain ( $G_v$ ) de ce type d'amplificateur est de 1, la tension de sortie ( $U_s$ ) est donc égale à la tension d'entrée ( $U_e$ ).  $U_s = U_e * G_v = U_e$ .

En terme de puissance  $P_s = P_e \times G_p$  soit  $(U_s \times I_s) = (U_e \times I_e) \times G_p$ .

L'amplificateur opérationnel adapte en permanence l'intensité de sortie afin de conserver une puissance de sortie égale à la puissance d'entrée.

### 2.2. Les capteurs et actionneurs

Le choix de ces éléments est primordial. Si le choix n'est pas adapté, le reste du traitement ne pourra pas retrouver ou réinventer la bonne mesure.

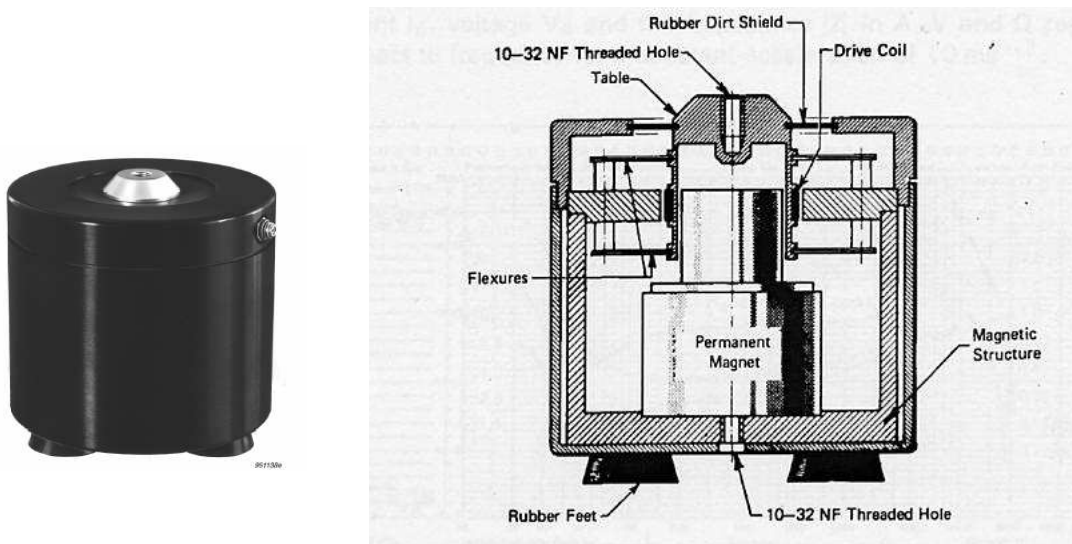
#### 2.2.1. *Pot vibrant*

Un pot vibrant, également appelé actionneur vibrant, est un dispositif électrique qui fournit en sortie une grandeur mécanique vibratoire telle qu'une force, un déplacement ou une accélération. Plusieurs technologies peuvent être utilisées pour fabriquer un pot vibrant. On distingue classiquement 4 types : les pots vibrants électrodynamiques, électromagnétiques, piézo-électriques et magnétostrictifs.

Le pot vibrant utilisé pour le dispositif est un pot électrodynamique : un Mini-Shaker type 4810 de Büel & Kjaer. Le pot vibrant est composé d'une bobine qui vient dans l'entrefer d'un aimant permanent créant ainsi un champ magnétique  $B$ . Le passage d'un courant d'intensité  $I$ , fourni par le générateur externe, à travers la bobine induit une force de Laplace. Cette force est sinusoïdale de même fréquence que la tension délivrée par le générateur. Elle induit un mouvement vibratoire de la table par l'intermédiaire d'une membrane. Le système de suspension est formé de 2 anneaux flexibles qui limitent le mouvement de l'élément à un déplacement parfaitement rectiligne. La structure laminée des anneaux induit un

amortissement qui permet de minimiser les distorsions dues à la résonance. Ce mouvement vibratoire est transmis à l'échantillon via les mors de sollicitation. Les performances limites sont définies par un déplacement (crête à crête) maximal de 6 mm (+/- 3mm) pour une puissance de 15VA, une force nominale de 10N et une gamme de fréquence de 1 à 18000Hz (fréquence de résonance).

Le pot vibrant n'est donc pas adapté pour les très basses fréquences de sollicitation (en dessous de 1 Hz) que nous voulons couvrir. Il est d'ailleurs extrêmement difficile de trouver dans le commerce des appareils performants qui peuvent couvrir ces basses fréquences qui tendent vers le continu. Pour combler ce manque, un montage spécifique entre l'amplificateur opérationnel et le capteur de force a été réalisé afin d'asservir le pot vibrant en force pour ces très basses fréquences. Un interrupteur permet de basculer d'un mode à l'autre. Nous reviendrons plus précisément sur ce point à la fin de cette partie.



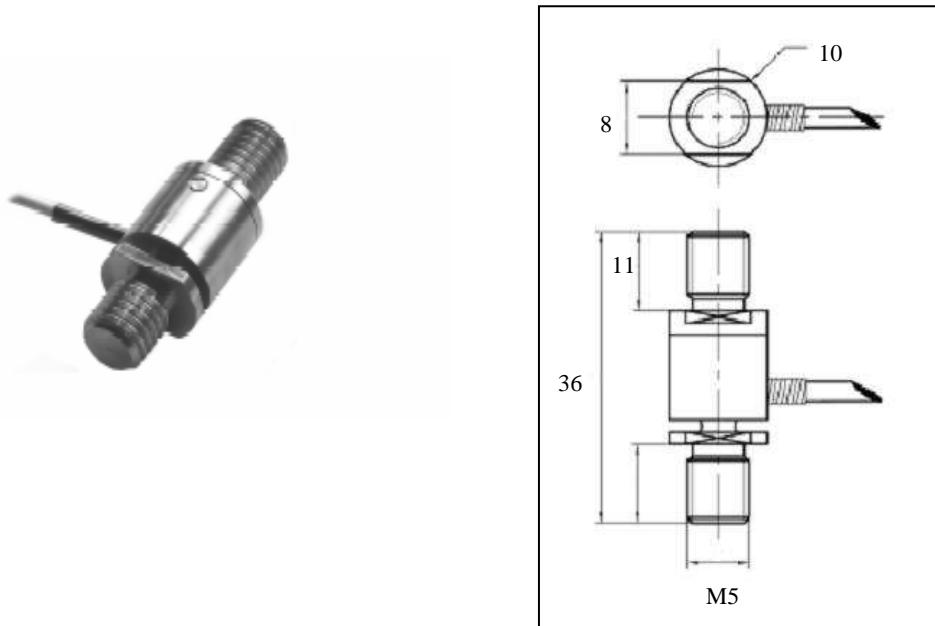
**Figure II- 23 : Structure du pot vibrant**

### **2.2.2. Capteur de force**

Dans la plupart des appareils commerciaux, la force appliquée à l'échantillon est calculée à partir du signal source envoyé à l'actionneur électromagnétique. Dans notre dispositif, la force est mesurée directement grâce à un capteur de force intégré à l'axe de sollicitation (entre le pot vibrant et l'échantillon). La force réelle appliquée à l'échantillon est calculée en tenant compte de l'inertie de la partie mobile. Le capteur de force est relié à l'amplificateur opérationnel. Ce branchement permet d'asservir le pot vibrant en force (Cf. fin du chapitre).

Il s'agit d'un capteur de force miniature de chez FGP Instrumentation, de type XFTC 300. Selon le niveau de force appliqué à l'échantillon, un capteur possédant une étendue de mesure de +/-10 N ou +/-20 N est utilisé. La sensibilité est d'environ 12mV/V. Il possède une grande raideur et peut résister à des surcharges (80N). Il s'agit d'un matériel miniature mais robuste.





*Figure II- 24 : Schéma du capteur de force*

Ce type de capteur est adapté aussi bien pour des mesures en statique qu'en dynamique. L'élément sensible est équipé de jauges gravées sur un monocristal de silicium, associées en pont de Wheatstone et compensées en température. Le pont est initialement équilibré. La variation de la contrainte au niveau des jauges entraîne une variation de la résistance du pont qui va conduire à une variation de la tension aux bornes du pont. Le capteur ne présente aucune hystérésis, paramètre indispensable aux mesures harmoniques. Une compensation en température permet de limiter l'erreur due à la dérive de l'offset. Le corps d'épreuve est réalisé en acier inoxydable.

### **2.2.3. Capteur de déplacement**

Un capteur de déplacement sans contact est utilisé. Par rapport aux systèmes mécaniques, les capteurs de déplacement sans contact n'ont pas d'hystérésis et d'imprécision due à des mesures répétitives. La précision est limitée par le bruit, la linéarité et la qualité de surface uniquement.

Le matériel choisi est un capteur laser, de marque Bullier type M5L/4. La mesure se fait grâce à une diode laser visible (longueur d'onde 675 nm, rouge). Ce type de capteur présente l'avantage d'être peu sensible aux différences de surfaces et de couleurs ainsi que d'être insensible à l'éclairage ambiant et aux sources lumineuses externes.

Les capteurs de mesure sans contact utilisent le principe de triangulation (Figure II- 25). La sortie analogique est proportionnelle à la déviation de la mesure par rapport à la distance de travail.

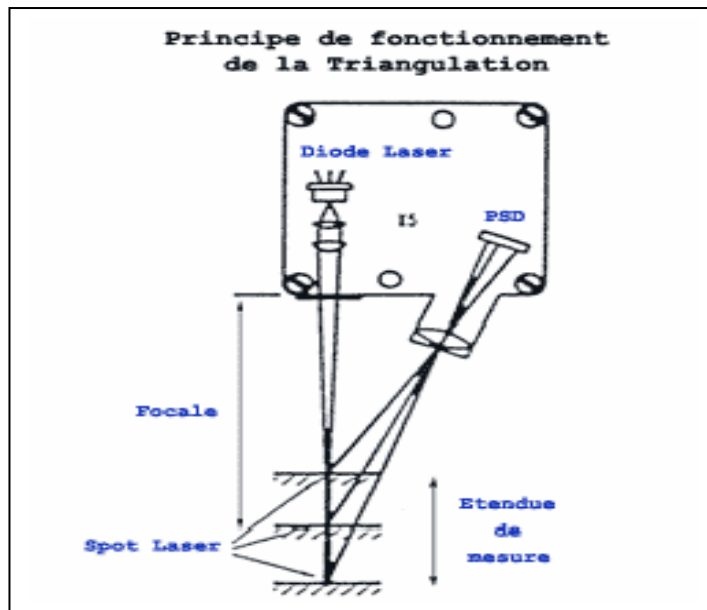


Figure II- 25 : Principe de fonctionnement du laser

#### 2.2.4. Capteur de température

Pour s'affranchir du différentiel de température existant entre le thermocryostat et le bain (pertes thermiques dues à la circulation d'un volume d'eau important), un thermocouple est directement placé au niveau de l'échantillon.

Il s'agit d'un thermocouple de type K. L'association des métaux Chromel (Nickel-Chrome)-Alumel (Nickel-Aluminium) provoque une différence de potentiel au niveau de la jonction. Cette très faible tension électrique est fonction de la température de la jonction (phénomène thermoélectrique). Les caractéristiques des métaux étant bien connues, il est facile d'établir une conversion entre la tension produite par la jonction et sa température.

Les thermocouples K sont bien adaptés aux environnements oxydant. Leur précision est de  $\pm 1.5^{\circ}\text{C}$ .

### 2.3. Le câblage et le conditionnement des signaux

#### 2.3.1. Les câbles

Dans toute chaîne d'acquisition de données, les câbles associés aux différents appareils électroniques représentent des éléments très importants. En effet, ceux-ci peuvent être à l'origine de multiples perturbations. Les câbles sont normalement considérés comme des éléments passifs. Mais dans certaines conditions d'utilisation et environnements, des signaux parasites peuvent être induits ou générés par ceux-ci. Il convient donc de choisir les câbles appropriés ainsi que leur longueur en fonction de l'utilisation. C'est dans ce souci que les différents câblages ont été réalisés.

### 2.3.2. Les conditionneurs

Un conditionneur est un circuit électronique qui permet de traiter le signal issu d'un capteur. On entend dans ce cas précis par traitement du signal, les techniques qui permettent d'amplifier, de filtrer, de convertir le signal et éventuellement de l'analyser. Les conditionneurs sont utilisés pour simplifier l'interface d'un capteur avec un système d'acquisition de données.

Ces éléments électroniques et en particulier, les filtres, modifient l'amplitude et la phase des signaux ; ils doivent donc être manipulés dans notre cas avec une grande prudence : nous avons vu dans le premier chapitre que la détermination des propriétés viscoélastiques par méthode vibratoire repose sur la mesure du déphasage entre force et déplacement ! En règle générale, la fonctionnalité de ces composants électroniques est définie sur un intervalle pour une échelle donnée, que l'on appelle « bande passante ». Les bornes de cette bande sont appelées « fréquences de coupure ».

Un conditionneur industriel pour capteurs à pont de jauges est associé au capteur de force (série PMI 1300 B). Il permet d'exploiter le capteur grâce à une alimentation stabilisée en tension de 10 Vcc. Après amplification et filtrage, il délivre un signal exprimé en tension. L'impédance d'entrée très élevée de l'amplificateur, associée à la sortie filtrée, constitue une excellente protection contre les signaux parasites. Le réglage du zéro (offset) et du gain se fait par potentiomètre multitours. Un étalonnage précis réalisé au laboratoire plusieurs fois par an permet de rectifier les éventuelles dérives de zéro ou d'échelles. Il est possible de régler la fréquence de coupure de la bande passante du filtre entre 10 et 5000 Hz. Le réglage du gain d'amplification (10 à 500) se fait par l'intermédiaire de 2 potentiomètres multitours.

Le signal en sortie du conditionneur du capteur de déplacement est disponible sous forme de signal analogique exprimé en tension. Le temps de réponse (ou la fréquence de coupure) est réglable par switch (20 à 500 Hz).

Le signal issu du thermocouple est traité à l'aide d'une centrale d'acquisition Agilent HP 34970A, qui délivre directement la température en °C, à l'aide d'une carte générant une température de référence.

### 2.4. Le matériel d'acquisition et de restitution des données

Les signaux issus des conditionneurs des capteurs de force et de déplacement sont transmis à un oscilloscope (Agilent 54624A MegaZoom). La plage de la vitesse de balayage s'étend de 50 s à 5ns, celle de la sensibilité de 5 V à 1mV. La borne inférieure de la plage de vitesse de balayage conditionne la limite des mesures réalisées à basse fréquence. En effet, à raison de 50 s/div., un signal durant au maximum 500 secondes peut être enregistré à l'écran (10 divisions visibles à l'écran). Pour un signal de fréquence  $2 \cdot 10^{-3}$  Hz collecté par l'oscilloscope, nous pouvons visualiser une seule période dans son intégralité à l'écran à vitesse de balayage minimale. Nous verrons par la suite que deux périodes au minimum sont nécessaires pour déterminer les propriétés viscoélastiques du bois. Nous ne pouvons donc pas descendre au-dessous d'une fréquence de sollicitation de  $4 \cdot 10^{-3}$  Hz.

## **2.5. La mise en œuvre de la chaîne d'acquisition**

La plus grande difficulté de mise en œuvre d'une chaîne d'acquisition de données est de réaliser l'adéquation la plus parfaite possible entre les caractéristiques des données du procédé et les éléments de la chaîne d'instrumentation. Dans cette optique, différents réglages ont été réalisés.

Les fréquences de coupure des conditionneurs des capteurs de force et de déplacement ont été réglées à 250 Hz. La plage de fréquence de sollicitation étant 10Hz - 10<sup>3</sup>Hz, un facteur supérieur à 10 est ainsi conservé entre la fréquence de coupure et la fréquence maximale.

L'amplificateur opérationnel a été conçu de manière à ce que l'impédance de sortie du générateur de fonction soit égale à l'impédance d'entrée de celui-ci.

L'étalonnage des capteurs est également une étape extrêmement importante. Elle conditionne le niveau de précision des résultats. L'étalonnage du laser est programmé dans le conditionneur (1mm↔5V). L'étalonnage du capteur de force est manuel. Le capteur n'étant pas sollicité, le potentiomètre zéro est réglé de manière à obtenir 0V en tension de sortie. Le capteur est ensuite sollicité à pleine échelle en lui suspendant un poids de masse connue, et le signal de sortie réglé à la valeur souhaitée grâce aux potentiomètres de gain. L'opération est répétée jusqu'à la stabilisation des réglages (1N↔2V).

### **L'offset des capteurs**

Nous avons déjà évoqué dans ce chapitre l'importance de fonctionner à force moyenne nulle. Pour ce faire, le système de sollicitation est fixé sur une molette micrométrique qui permet d'ajuster la position de départ de l'échantillon à un niveau de force nulle (offset mécanique). Par la suite, l'échantillon peut relâcher des contraintes internes ou d'encastrement. Ces phénomènes se traduisent par un déplacement moyen de l'échantillon par rapport à l'horizontale et sont transparents au niveau de la force (l'oscillation se fait toujours autour d'une force moyenne nulle).

Des problèmes peuvent cependant être rencontrés pour les hautes températures. En effet, pour de fortes températures, l'échantillon se ramollit et présente de faibles propriétés mécaniques. L'effort appliqué pour obtenir le même niveau de déformation qu'à basse température est alors largement plus faible. On peut enregistrer sans problème un facteur 10 entre la force appliquée à basse température et celle appliquée à haute température pour obtenir le même niveau de déformation. Les forces appliquées à haute température sont alors de l'ordre de quelques dixièmes de Newton. Or la dérive de l'offset du capteur de force est d'environ 1.5% de l'étendue de mesure par 60°C. La dérive de l'offset est du même ordre de grandeur que la force appliquée. Pour limiter au maximum cette dérive due à la température, un ventilateur peut être placé à proximité du capteur. Cependant, la dérive, même faible, du capteur de force peut entraîner une dérive de la position moyenne de l'échantillon. En effet, la force moyenne nulle apparente est en réalité différente de zéro. Celle-ci agit alors comme une précontrainte entraînant des phénomènes de fluage.

Dans ces cas de mesures extrêmes, un montage électronique utilisant un amplificateur sommateur permet de réinitialiser l'offset du capteur de force entre chaque mesure. On « force » ainsi l'échantillon à osciller autour de sa position de départ.

### **L'asservissement du pot de vibration**

Nous avons évoqué la difficulté de trouver dans le commerce du matériel adapté aux très basses fréquences, à la limite du continu. En effet, les essais de caractérisation des matériaux classiques recourent davantage aux hautes fréquences, voire aux ultrasons plutôt qu'aux basses fréquences.

Le pot vibrant est utilisé dans une gamme de fréquence qui sort de ses spécifications (1 Hz à 18 kHz). On a constaté expérimentalement qu'en dessous de 1 Hz, le pot vibrant est dissymétrique, notamment pour des amplitudes de mouvement importantes. Ceci est certainement dû aux inévitables frottements de la bobine magnétique à l'intérieur du pot. Pour pallier ce problème, nous avons asservi le pot de vibration en force.

Un circuit électronique analogique permet à chaque instant de comparer la force mesurée (par le capteur de force) à la valeur théorique voulue et de compenser les éventuelles différences en modifiant le signal source envoyé au pot vibrant. L'amplificateur est ainsi configuré en suiveur du signal de force plutôt qu'à la tension du générateur de fonction.

Par l'intermédiaire de cet asservissement, le lien entre la tension réglée au niveau du générateur de fonction et la force appliquée à l'échantillon est directe. L'asservissement permet donc un pilotage en force.

Bien sûr cette régulation présente une limite en fréquence (fréquence de coupure de l'amplificateur aux environs de 10 Hz). Un relais permet de basculer d'un mode à l'autre (asservi ou non) en fonction de la fréquence de sollicitation (au-dessous ou au-dessus de 1Hz).

## **Conclusion**

A travers ce chapitre, le lecteur a pu se familiariser avec le principe de fonctionnement de l'appareil WAVE<sup>T</sup> mis au point au laboratoire. Dans un souci pédagogique et de clarté du discours, nous avons volontairement distingué la partie opératoire représentée par le banc d'essai, de la chaîne d'analyse vibratoire. Evidemment, comme nous avons pu le comprendre au cours de cette description, cette séparation n'est qu'une vue de l'esprit. Les interactions entre ces différentes parties sont constantes. Notons que cet ensemble forme un appareil de mesure unique.

Les explications et détails techniques présentés mettent en exergue les difficultés que l'on peut rencontrer pour mesurer proprement et indépendamment le déplacement et la force appliquée à un échantillon, dans des essais harmoniques en flexion simple encastrement, dans des conditions hygrométriques drastiques. Que cela soit pour les éléments mécaniques ou pour les appareils électroniques nous avons pris soin de détailler l'ensemble des précautions requises afin de garantir la validité et la pertinence des mesures.

Nous n'avons pas manqué de spécifier les plages de mesures de l'appareil et d'évoquer les facteurs qui ont motivé ces choix. Celles-ci émanent bien évidemment de la stratégie adoptée face aux spécificités du bois. Insistons sur l'importance du tandem temps-température. La combinaison des plages de température (5 à 95°C) et de fréquence ( $5 \cdot 10^{-3}$  à 10 Hz) devrait permettre d'identifier les pics de ramollissement du bois dans leur intégralité ; et en particulier le ramollissement principal du bois évoqué dans la littérature (attribué à la transition des lignines), apparaissant entre 60 et 90°C selon l'espèce considérée.

Mais avant d'arriver au stade d'exploitation de l'appareil, il nous reste à découvrir une étape indispensable, le traitement des données. En effet, en sortie de chaîne d'analyse, nous disposons actuellement de signaux analogiques de force et de déplacement exprimés sous forme de tension. Le chapitre suivant apporte les éléments nécessaires permettant de passer de ces signaux bruts aux propriétés viscoélastiques du matériau.



**Chap III : Traitement et analyse des données récoltées  
par le WAVE<sup>T</sup>**



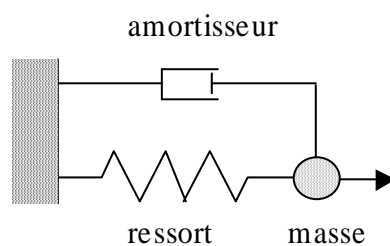


## Introduction

Comme il a été expliqué dans le chapitre précédent, le dispositif WAVE<sup>T</sup> a été monté de toutes pièces au laboratoire. Il résulte de l'assemblage de divers appareils électroniques, de métrologie, de systèmes mécaniques. Lors de la mise en œuvre de la chaîne d'acquisition, une des priorités a été de réaliser la meilleure adéquation possible entre les différents éléments. Du point de vue mécanique, le système vibratoire est relativement complexe et mérite un développement dans ce chapitre.

En guise de préambule à ce chapitre, rappelons brièvement quelques notions de base de la mécanique vibratoire, qui seront utilisées dans la suite de ce manuscrit.

Un système vibratoire peut être représenté par un assemblage plus ou moins complexe de ressorts, d'amortisseurs et de masses montés en série ou en parallèles. Le système le plus simple est constitué d'une masse suspendue à un ressort. En oscillations libres, ce système présente une fréquence naturelle. Si l'on ajoute un amortisseur, en parallèle au système précédent, nous obtenons un oscillateur mécanique élémentaire. La fréquence naturelle est alors modifiée, les oscillations sont amorties.



**Figure III- 1 : Schéma de l'oscillateur élémentaire linéaire de la mécanique**

En régime forcé, si la fréquence de sollicitation est égale à la fréquence naturelle du système, il y a résonance. Précisons que l'oscillateur élémentaire possède un seul degré de liberté, c'est-à-dire qu'à chaque instant sa configuration peut être caractérisée par une seule variable. Plus généralement, un système vibratoire complexe possède  $n$  degrés de liberté. Il possède ainsi  $n$  modes propres (certains modes peuvent être égaux entre eux, d'autres nuls). En régime forcé, à l'approche de ces modes propres, on observe les phénomènes de résonance.

Chaque objet présente donc une fréquence de vibration propre ou naturelle. La fréquence la plus basse qui produit un système d'ondes stationnaires est la fréquence fondamentale (première harmonique). Des fréquences plus élevées produisent aussi des systèmes d'ondes stationnaires, on parle de  $n^{\text{ième}}$  harmonique.

Pour mieux appréhender le comportement vibratoire du dispositif expérimental, un modèle analytique a été développé, il est présenté dans ce chapitre. Développé en parallèle de la

### Chapitre III

---

conception du dispositif, il s'est révélé être un véritable outil de prédiction et d'aide à la décision. Il a également permis de mieux comprendre et d'expliquer certains phénomènes.

Ce chapitre est par ailleurs l'occasion de détailler la méthode utilisée pour traiter les données brutes récoltées par le WAVE<sup>T</sup> et de montrer dans quelle mesure le modèle permet de corriger les valeurs perturbées par les phénomènes de résonance.

Le dernier paragraphe de ce chapitre est consacré à la description du logiciel de pilotage du dispositif. En effet, les temps de mesures relativement longs associés à la complexité du traitement des données requièrent un fonctionnement du dispositif en totale autonomie.

## 1 Modélisation du dispositif

Avant d'entamer ce chapitre, et afin d'éviter toute confusion, il est bon d'insister sur le rôle du modèle analytique développé par rapport aux objectifs de la thèse.

Rappelons que le but ultime de cette thèse est d'identifier un modèle ou des lois rhéologiques à partir de mesures réalisées par le WAVE<sup>T</sup> sur diverses essences de bois dans de larges plages de température et de fréquence. Le modèle analytique présenté dans cette partie n'est absolument pas un modèle rhéologique du bois. Il a uniquement pour objectif de mieux comprendre les phénomènes vibratoires auxquels le dispositif expérimental est soumis et d'affranchir les données récoltées des perturbations dues aux phénomènes de résonance. C'est grâce à l'ensemble des mesures récoltées et traitées par ce modèle que nous pourrons ultérieurement identifier des lois de comportement pertinentes.

### 1.1 De la représentation physique du dispositif au système mécanique vibratoire

Chaque élément du système vibratoire est modélisé à l'aide de masses, de ressorts et d'amortisseurs. Le passage du système physique au système mécanique se fait moyennant certaines approximations (linéarité, masse de l'échantillon négligée...). La Figure III- 2 présente la modélisation du système dans son ensemble. Nous détaillerons ensuite la représentation des différents éléments en nous appuyant sur les deux systèmes  $S_1$  et  $S_2$  définis sur la Figure III- 2.

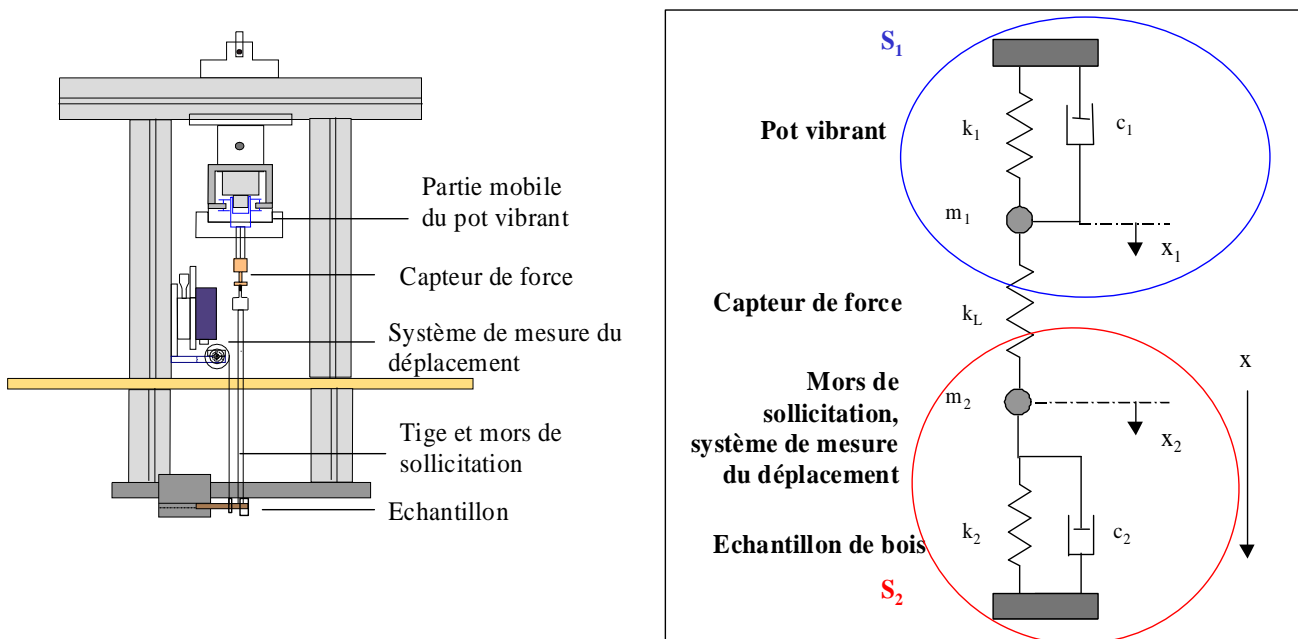


Figure III- 2 : Modélisation du système

Le **ystème**  $S_1$  caractérise le pot de vibration. Il est représenté par un oscillateur linéaire. Il s'agit d'un système mécanique à un degré de liberté dont le comportement en fonction du temps est traduit par une équation différentielle du second degré, linéaire et à coefficients constants. Il comprend une masse indéformable  $m_1$  représentant la masse de la partie mobile du pot de vibration, un ressort sans masse de raideur  $k_1$  et un amortisseur de coefficient d'amortissement visqueux  $c_1$ .

$x_1$  représente l'abscisse de la masse  $m_1$  ; c'est une fonction sinusoïdale du temps.

Le **capteur de force**, dont on néglige la masse, est caractérisé par un ressort de raideur  $k_L$ .

Le **ystème**  $S_2$  intègre plusieurs éléments. Il représente le dispositif de mesure du déplacement (A) composé de l'étrier, du câble, du ressort et de la poulie, et aussi les mors de sollicitation (B) et la partie sollicitée de l'échantillon (C). La Figure III- 3 détaille ces différents éléments.

Concernant le dispositif de mesure du déplacement (A), et comme nous l'avons précisé dans le chapitre précédent, la force de rappel du ressort est négligée. Par conséquent, seule l'inertie de ce dispositif est prise en compte dans ce modèle. Cette dernière englobe celle de l'étrier, celle du câble et de la poulie. Pour la poulie, il s'agit en fait de l'inertie d'un cylindre plein en rotation ( $I = \frac{1}{2}.m.R^2$ ).

La masse de l'échantillon de bois est négligée et on suppose un comportement viscoélastique linéaire.

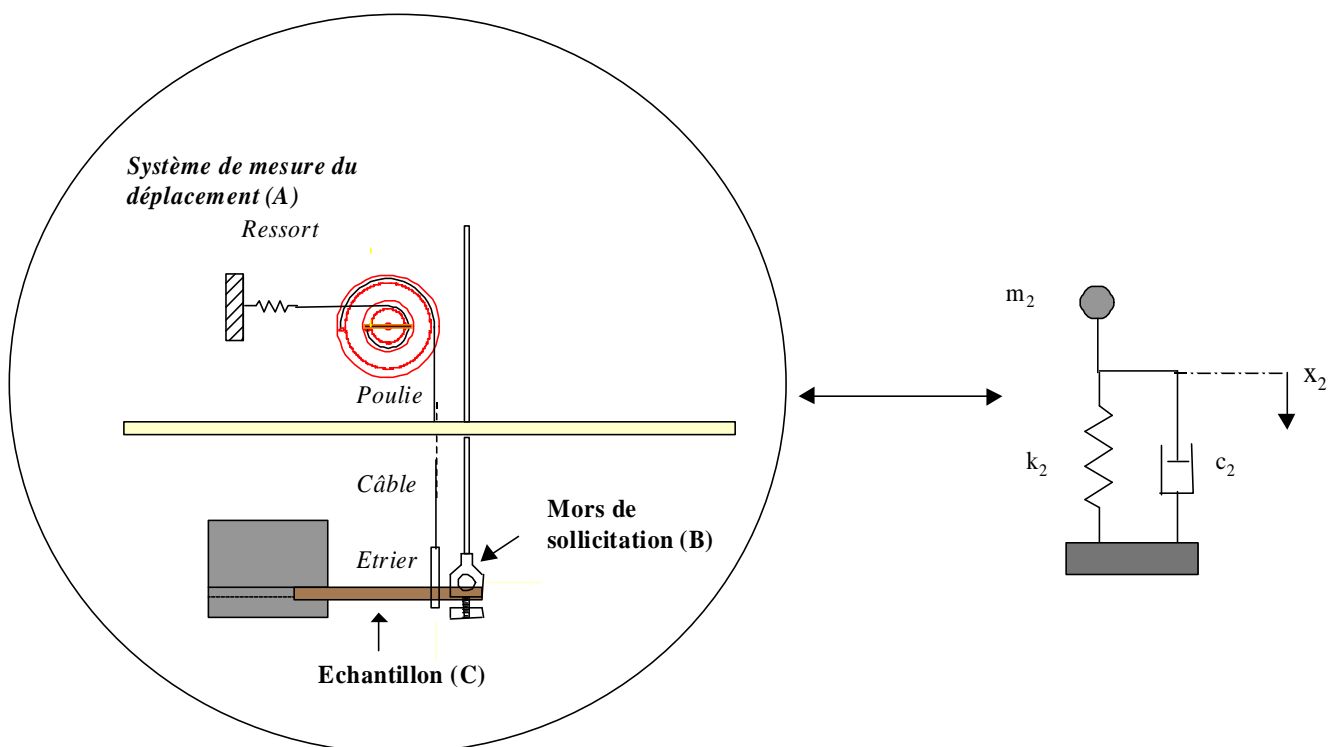


Figure III- 3 : Détail du système  $S_2$

Le système  $S_2$  est constitué dans son ensemble par un oscillateur linéaire qui comprend une masse  $m_2$ , qui représente la masse totale du système de mesure du déplacement (A) et des mors de sollicitation (B), un ressort de raideur  $k_2$  et un amortisseur de coefficient d'amortissement visqueux  $c_2$  qui représentent l'échantillon de bois (C).

$x_2$  représente l'abscisse de la masse  $m_2$ , c'est une fonction sinusoïdale du temps.

L'échantillon de bois est représenté par l'association d'un ressort et d'un amortisseur en parallèle. Cette représentation permet d'accéder à un système mécanique simple, qui grâce à ces deux paramètres ( $k_2$  et  $c_2$ ) exprime la part d'énergie stockée dans le matériau (à travers le module de stockage  $E'$ ) et la part d'énergie dissipée (à travers le module de perte  $E''$ ) dans des conditions expérimentales fixées. La relation entre les grandeurs mécaniques macroscopiques ( $k_2$  et  $c_2$ ) et les grandeurs rhéologiques intrinsèques ( $E'$  et  $E''$ ) est établie de la manière suivante.

Notons  $F^*$  et  $x^*$  les fonctions complexes représentatives de la force appliquée à l'échantillon de bois et du déplacement résultant (Figure III- 4).

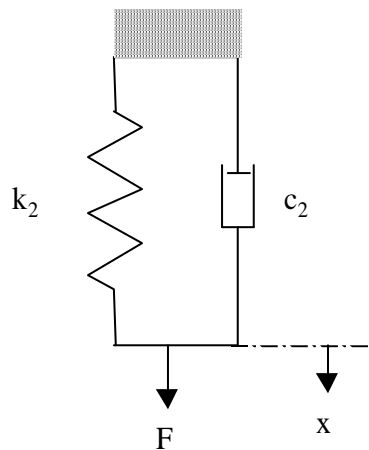


Figure III- 4 : Représentation de l'échantillon de bois

Pour un système mécanique avec un ressort et un amortisseur en parallèle, il est possible d'écrire la relation suivante :  $F^* = (k_2 + jc_2\omega)x^*$

D'après la formule de la déformée établie dans le chapitre précédent pour une géométrie cantilever, nous pouvons écrire la relation entre la force et le déplacement pour une géométrie d'échantillon donnée, et dans des conditions thermiques ( $T_0$ ), hydriques ( $MC_0$ ) et temporelles ( $f_0$ ) fixées.

Pour des questions de simplicité d'écriture,  $E'_{T_0,MC_0,f_0}$  et  $E''_{T_0,MC_0,f_0}$  seront notés  $E'$  et  $E''$ .

$$\text{Soit } F^* = \frac{bh^3 E^*}{l_0^2(6L - 2l_0)} H^* \text{ avec } E^* = E' + jE''$$

$$\text{Par conséquent : } F^* = \left( \frac{bh^3 E'}{l_0^2(6L - 2l_0)} + j \frac{bh^3 E''}{l_0^2(6L - 2l_0)} \right) H^*$$

Par analogie, il est possible d'écrire la relation entre les coefficients  $k_2$  et  $c_2$  et les propriétés viscoélastiques d'un échantillon de bois en flexion simple encastrement (à une température  $T_0$ , une teneur en eau  $MC_0$  et une fréquence  $f_0$ ).

$$k_2 = \frac{E'bh^3}{l_0^2(6L-2l_0)} \quad c_2 = \frac{1}{\omega} \frac{E''bh^3}{l_0^2(6L-2l_0)}$$

Une fois ces précisions mentionnées, nous pouvons revenir au modèle et à la description des forces.

Notons  $\mathbf{F}_1$  la force électromotrice, grandeur vectorielle, exercée sur le pot d'accélération pour le mettre en mouvement (il s'agit d'une force de Laplace générée par la circulation d'un courant dans la bobine du pot de vibration).

La tension envoyée au pot de vibration correspond à la partie réelle de  $U$  qui s'écrit :  $U^* = U^0 \cdot e^{j\omega t}$ .

L'expression algébrique de la force de Laplace résultante s'écrit :  $F_1 = B \cdot l \cdot i \cdot \sin(\vec{l}, \vec{B})$ .

avec  $B$  : module du champ magnétique

$l$  : longueur parcourue par le courant  $i$  et placée dans le champ magnétique

$i$  : intensité du courant électrique, fonction sinusoïdale du temps, de fréquence  $\omega$

Il s'ensuit que la force électromagnétique correspond à la partie réelle de la grandeur complexe :  $F_1 = F_1^0 \cdot e^{j(\omega t + \varphi_1)}$

$\varphi_1$  résulte du déphasage entre la tension et l'intensité du signal source ( $u_L = -L \frac{di}{dt}$ ).

Soit  $\mathbf{F}_2$  la force mesurée au niveau du capteur de force.

$$F_2 = F_2^0 \cdot e^{j(\omega t + \varphi_2)}$$

Soit  $\mathbf{F}_3$  la force exercée sur l'échantillon de bois dont on veut déterminer les propriétés viscoélastiques.

$$F_3 = F_3^0 \cdot e^{j(\omega t + \varphi_3)}$$

Appliquons la Relation Fondamentale de la Dynamique (RFD) sur les systèmes  $S_1$  et  $S_2$ . Notons que toutes les grandeurs dynamiques, force, déplacement, vitesse, accélération sont représentées par des grandeurs complexes. Chaque grandeur physique correspond à la partie réelle de la grandeur complexe associée.

#### **RFD ( $S_1$ ) :**

$$m_1 \ddot{x}_1 = \sum F_{ext}$$

Lorsqu'un ressort de constante de raideur  $k$  subit un allongement  $x$  par rapport à sa position d'équilibre, il est soumis à une force  $\vec{F} = k \cdot \vec{x}$ . Ce même ressort selon le principe de l'action et de la réaction exerce une force de rappel  $-k \cdot x$  sur la masse à laquelle il est relié. Selon le

même principe, un amortisseur exerce une force de freinage  $-c.\dot{x}$  sur la masse à laquelle il est relié.

La masse  $m_1$  est donc soumise à une force de rappel  $-k_1.x_1$ , à une force de freinage  $-c_1.\dot{x}_1$ , à la force électromotrice  $F_1$  et à la force exercée par le capteur de force sur le système  $S_1$ .

$$m_1\ddot{x}_1 = \sum F_{ext} = -k_1x_1 - c_1\dot{x}_1 + F_1 + F_{\text{capteur de force} \rightarrow S_1} \quad (i)$$

$$m_1\ddot{x}_1 = -k_1x_1 - c_1\dot{x}_1 + F_1 + F_{S_1}$$

**RFD (S<sub>2</sub>) :**

$$m_2\ddot{x}_2 = \sum F_{ext} = -k_2x_2 - c_2\dot{x}_2 + F_{\text{capteur de force} \rightarrow S_2} \quad (ii)$$

$$m_2\ddot{x}_2 = -k_2x_2 - c_2\dot{x}_2 + F_{S_2}$$

Du fait de son allongement relatif  $(x_2-x_1)$ , le capteur de force est soumis à une force  $F_2$  :

$$F_2 = k_L(x_2 - x_1)$$

En négligeant la masse du capteur de force, on peut écrire :

$$\sum F_{ext} = 0 = F_{S_1 \rightarrow \text{capteur de force}} + F_{S_2 \rightarrow \text{capteur de force}}$$

$$\text{d'où } -F_{S_1 \rightarrow \text{capteur de force}} = F_{S_2 \rightarrow \text{capteur de force}} = F_2$$

En injectant ce résultat dans (i), on obtient :

$$m_1\ddot{x}_1 = -k_1x_1 - c_1\dot{x}_1 + F_1 + F_2$$

$$m_1\ddot{x}_1 + c_1\dot{x}_1 + k_1x_1 = F_1^0.e^{j(\omega t + \varphi_1)} + F_2^0.e^{j(\omega t + \varphi_2)}$$

$$\text{avec } x_1 = X_1.e^{j(\omega t + \varphi_{x1})}$$

$$\boxed{(k_1 - m_1\omega^2 + j\omega - c_1)X_1.e^{j\varphi_{x1}} = F_1^0.e^{j\varphi_1} + F_2^0.e^{j\varphi_2}} \quad (1)$$

De la même manière, (ii) devient :

$$m_2\ddot{x}_2 = -k_2x_2 - c_2\dot{x}_2 - F_2$$

$$m_2\ddot{x}_2 + c_2\dot{x}_2 + k_2x_2 = -F_2^0.e^{j(\omega t + \varphi_2)}$$

$$x_2 = X_2.e^{j(\omega t + \varphi_{x2})}$$

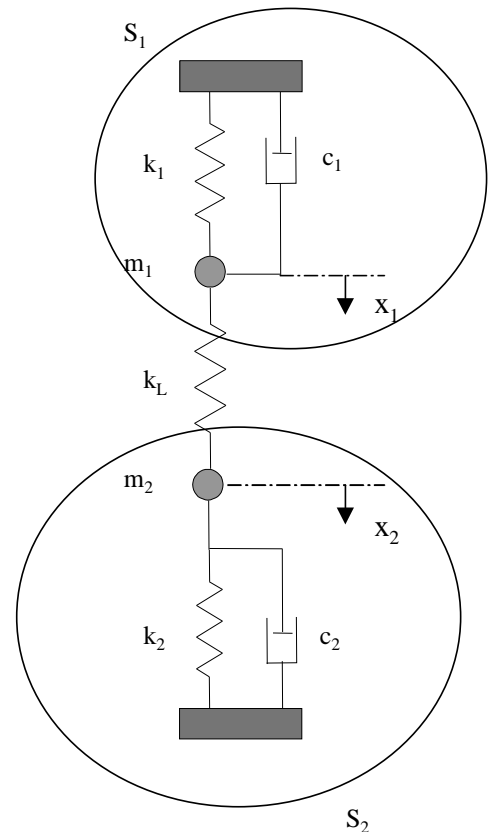
$$\boxed{(k_2 - m_2\omega^2 + j\omega - c_2)X_2.e^{j\varphi_{x2}} = -F_2^0.e^{j\varphi_2}} \quad (2)$$

Au niveau du capteur de force, on peut écrire :

$$F_2^0.e^{j(\omega t + \varphi_2)} = k_L(x_2 - x_1)$$

$$(x_2 - x_1) = \frac{F_2^0}{k_L}.e^{j(\omega t + \varphi_2)}$$

$$\boxed{X_2.e^{j\varphi_{x2}} - X_1.e^{j\varphi_{x1}} = \frac{F_2^0}{k_L}.e^{j(\omega t + \varphi_2)}} \quad (3)$$





On obtient un système d'équations complexes :

$$\begin{cases} (k_1 - m_1\omega^2 + j\omega c_1)X_1.e^{j\varphi_{x1}} = F_1^0.e^{j\varphi_1} + F_2^0.e^{j\varphi_2} \\ (k_2 - m_2\omega^2 + j\omega c_2)X_2.e^{j\varphi_{x2}} = -F_2^0.e^{j\varphi_2} \\ X_2.e^{j\varphi_{x2}} - X_1.e^{j\varphi_{x1}} = \frac{F_2^0}{k_L}.e^{j\varphi_2} \end{cases}$$

On suppose le signal d'entrée  $(F_1^0.e^{j\varphi_1})$  connu, le système s'écrit alors sous forme matricielle de la manière suivant :  $AX=B$

$$\begin{pmatrix} k_1 - m_1\omega^2 + j\omega c_1 & 0 & -1 \\ 0 & k_2 - m_2\omega^2 + j\omega c_2 & 1 \\ -1 & 1 & \frac{-1}{k_L} \end{pmatrix} \begin{Bmatrix} X_1.e^{j\varphi_{x1}} \\ X_2.e^{j\varphi_{x2}} \\ F_2^0.e^{j\varphi_2} \end{Bmatrix} = \begin{Bmatrix} F_1^0.e^{j\varphi_1} \\ 0 \\ 0 \end{Bmatrix}$$

A est la matrice des coefficients, B une donnée et X le vecteur inconnu.

Il s'agit d'un système de 3 équations à 3 inconnues complexes. La résolution du système se fait par inversion de matrice. La solution est de la forme :  $X=A^{-1}B$ .

Etant donnée la dimension relativement réduite de la matrice, nous avons privilégié une méthode de décomposition relativement simple. Décomposons chaque matrice en une matrice des parties réelles et une matrice des parties complexes :

$$A=C+jD$$

$$X=Y+jZ$$

$$B=E+jF$$

$$\text{On obtient le produit : } (C+jD)(Y+jZ) = (E+jF)$$

En séparant la partie réelle de la partie complexe dans cette expression, on obtient les égalités suivantes :

$$CY-DZ = E$$

$$DY+CZ = F$$

Sous forme matricielle, on aboutit au produit :

$$\begin{pmatrix} C & -D \\ D & C \end{pmatrix} \begin{pmatrix} Y \\ Z \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} E \\ F \end{pmatrix}$$

On retrouve un produit matriciel à coefficients réels de la forme :  $A'X'=B'$

$$\begin{pmatrix} k_1 - m_1 \omega^2 & 0 & -1 & -\omega c_1 & 0 & 0 \\ 0 & k_2 - m_2 \omega^2 & 1 & 0 & -\omega c_2 & 0 \\ -1 & 1 & -1/k_L & 0 & 0 & 0 \\ \omega c_1 & 0 & 0 & k_1 - m_1 \omega^2 & 0 & -1 \\ 0 & \omega c_2 & 0 & 0 & k_2 - m_2 \omega^2 & 1 \\ 0 & 0 & 0 & -1 & 1 & -1/k_L \end{pmatrix} \begin{pmatrix} X_1 \cos \varphi_{x1} \\ X_2 \cos \varphi_{x2} \\ F_2 \cos \varphi_2 \\ X_1 \sin \varphi_{x1} \\ X_2 \sin \varphi_{x2} \\ F_2 \sin \varphi_2 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} F_1 \cos \varphi_1 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \end{pmatrix}$$

Le vecteur solution est de la forme :  $X' = A'^{-1}B'$ .

Une fois le système résolu, on peut alors calculer la force  $F_3$

On écrit pour le système  $S_2$  :  $\sum F_{int} = 0$

$$F_3 + k_2 x_2 + c_2 \dot{x}_2 = 0$$

or d'après (B), on a :  $-m_2 \ddot{x}_2 - F_2 = k_2 x_2 + c_2 \dot{x}_2$

d'où

$$m_2 \ddot{x}_2 = F_3^0 . e^{j(\omega t + \varphi_3)} - F_2^0 . e^{j(\omega t + \varphi_2)}$$

et par conséquent :  $F_3^0 . e^{j\varphi_3} = F_2^0 . e^{j\varphi_2} - m_2 \omega^2 X_2 . e^{j\varphi_{x2}}$

Nous disposons donc de toutes les « clés » qui permettent d'accéder aux solutions de ce système complexe. Avant de découvrir les diverses utilisations de ce modèle et les résultats obtenus, intéressons-nous à la détermination des paramètres physiques qui régissent ce système.

## 1.2 Détermination des paramètres du modèle

La qualité des prédictions issues d'un modèle dépend en partie de la précision avec laquelle les paramètres qui le régissent sont déterminés. Les paramètres du modèle représentent pour la plupart les caractéristiques des appareils utilisés. Certaines caractéristiques sont données par le fabricant, les autres ont été mesurées au laboratoire.

D'après les données spécifiées par le fabricant, la partie mobile du pot de vibration ( $m_1$ ) pèse 18g.

$$m_1 = 18g.$$

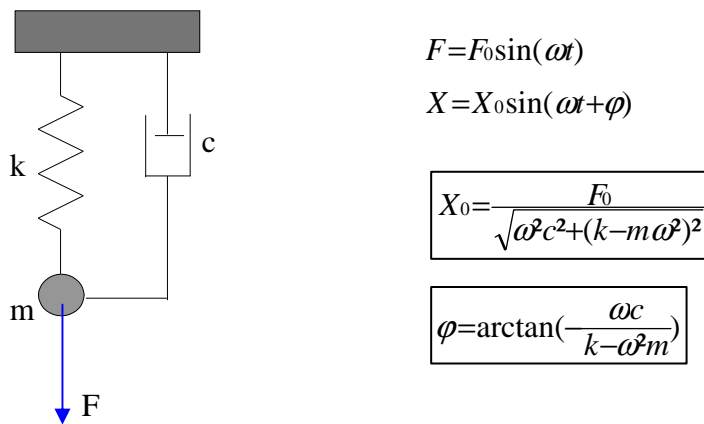
Pour ce qui est de la raideur du pot de vibration ( $k_1$ ), le fabricant indique une valeur de 2N/mm. Toutefois, cette raideur a également été déterminée par nos soins en chargeant le pot à l'aide de différentes masses et en mesurant, avec un capteur laser, le déplacement engendré. On trouve par cet essai de traction une relation linéaire entre force et déplacement. La raideur du pot vibrant est de l'ordre de 3,3 N/mm. C'est cette valeur qui sera privilégiée pour alimenter le modèle.

$$k_1 = 3300 N.m^{-1}.$$

Deux méthodes distinctes ont été utilisées pour déterminer la valeur du coefficient d'amortissement du pot vibrant ( $c_1$ ). La première consiste à déterminer  $c_1$  à partir du pic de résonance du pot de vibration, la seconde à partir de la réponse du pot à un échelon ascendant en régime forcé. Le détail de ces deux méthodes est décrit dans **l'annexe III**.

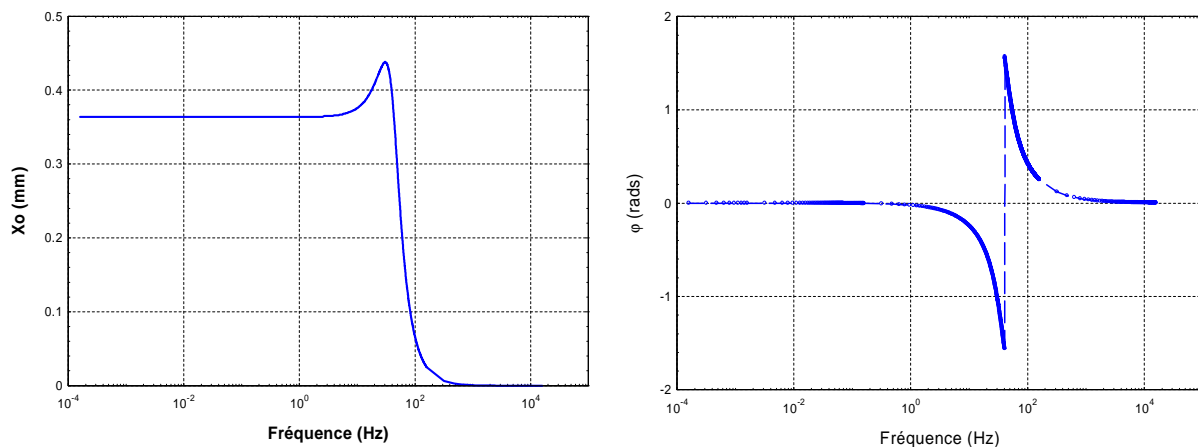
Par ces deux méthodes de détermination différentes, nous avons trouvé une valeur pour le coefficient d'amortissement quasi-identique, de l'ordre de  $12 \text{ kg.s}^{-1}$ . Il est possible de vérifier l'exactitude de cette valeur en comparant le comportement expérimental du pot de vibration en régime forcé à la prédiction obtenue avec l'oscillateur linéaire.

Considérons, l'oscillateur amorti en régime forcé.



Paramètres	Valeurs
$c \text{ (kg.s}^{-1}\text{)}$	12
$k \text{ (N.m}^{-1}\text{)}$	3300
masse (kg) (pot + accéléromètre)	0.05
$F_0 \text{ (N)}$	1.2

**Figure III- 5 : Modélisation du pot vibrant en régime forcé**

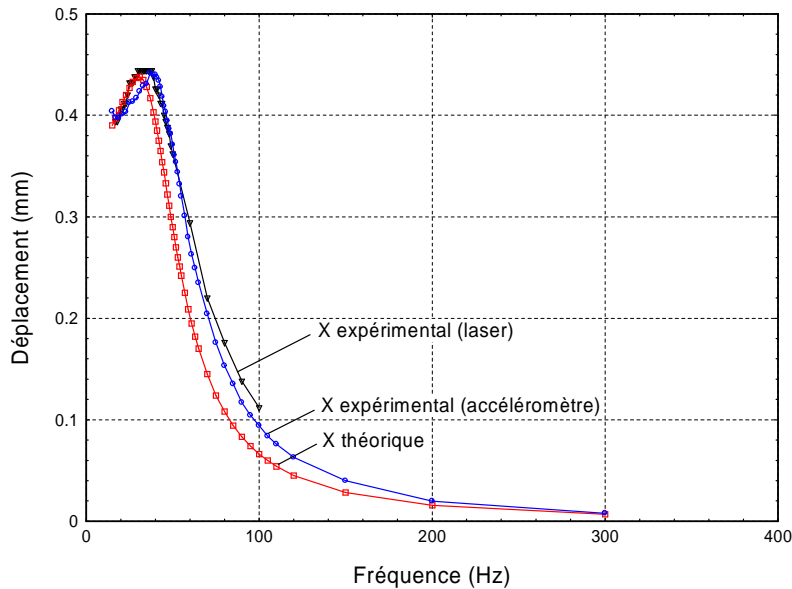


**Figure III- 6 : Simulation de l'évolution de l'amplitude et de la phase du déplacement du pot de vibration en régime forcé en fonction de la fréquence**

On se propose alors de suivre expérimentalement l'évolution de l'amplitude du déplacement du pot en fonction de la fréquence, afin de comparer les résultats à la simulation. Le déplacement est mesuré par deux méthodes différentes :

- grâce à l'accéléromètre
- par l'intermédiaire d'un capteur laser qui pointe le pot vibrant

Les courbes théoriques et expérimentales sont représentées sur la Figure III- 7.



**Figure III- 7 : Evolution de l'amplitude du déplacement en fonction de la fréquence : courbes simulée et expérimentales**

La courbe théorique obtenue à partir des équations de l'oscillateur amorti en régime forcé décrit assez fidèlement les courbes expérimentales. La valeur du coefficient d'amortissement trouvée correspond bien aux caractéristiques du pot vibrant. Ainsi, la valeur du coefficient d'amortissement du pot de vibration retenue pour la suite est :

$$c_1 = 12 \text{ kg.s}^{-1}$$

La dernière constante à déterminer est la raideur du capteur de force :  $k_L$ .

D'après les données du fabricant, le capteur de force possède une raideur d'environ  $5.10^6$  N/mm. Le capteur ne pouvant tolérer que de faibles charges sans être endommagé, la mesure expérimentale de la raideur reste délicate. Nous avons donc chargé avec précaution le capteur avec des poids de masse variable et avons mesuré le déplacement engendré (à l'aide d'un capteur laser). La valeur expérimentale est du même ordre de grandeur que celle spécifiée par le constructeur. Nous retiendrons pour la suite cette valeur :

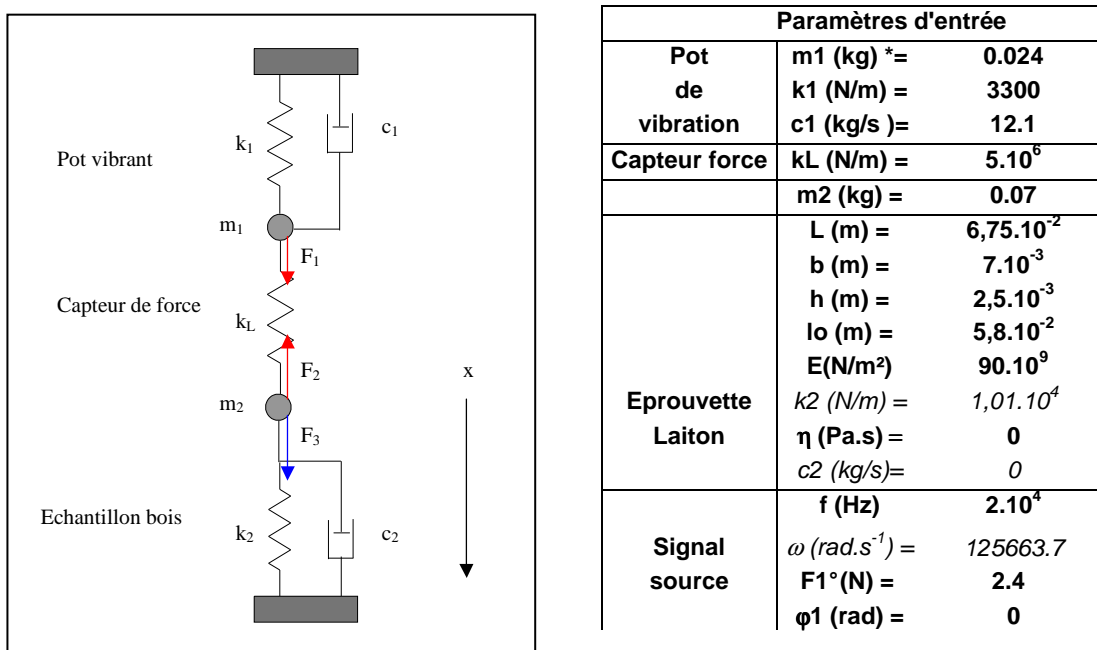
$$k_L = 5.10^6 \text{ N/mm}$$

### 1.3 Tests de validation du modèle

Ayant déterminé avec rigueur les caractéristiques des appareils du dispositif, nous pouvons maintenant nous interroger sur la pertinence du modèle, sur sa capacité à représenter la réalité et sur sa justesse.

Dans un premier temps, on se propose d'effectuer des vérifications relativement simples sur un matériau purement élastique : le laiton, dont la rigidité est connue :  $E = 90\text{-}100 \text{ Gpa}$  (Handbook of Chemistry and Physics, 76<sup>th</sup> edition). Pour cette validation, l'intérêt d'utiliser un métal est qu'il présente un comportement indépendant de la durée de sollicitation à température ambiante.

Le tableau suivant détaille l'ensemble des valeurs (dimensions, module d'élasticité...) utilisées pour alimenter le modèle, en prenant en compte les conditions expérimentales (Figure III- 8).



\*  $m_1$  intègre la masse de la partie mobile du pot vibrant ainsi que celle d'une pièce de fixation.

Figure III- 8 : Récapitulatif des paramètres du modèle

Le modèle permet, par exemple, de suivre l'évolution de la déflexion en fonction de la fréquence et ainsi de mettre en évidence le pic de résonance (Figure III- 9).

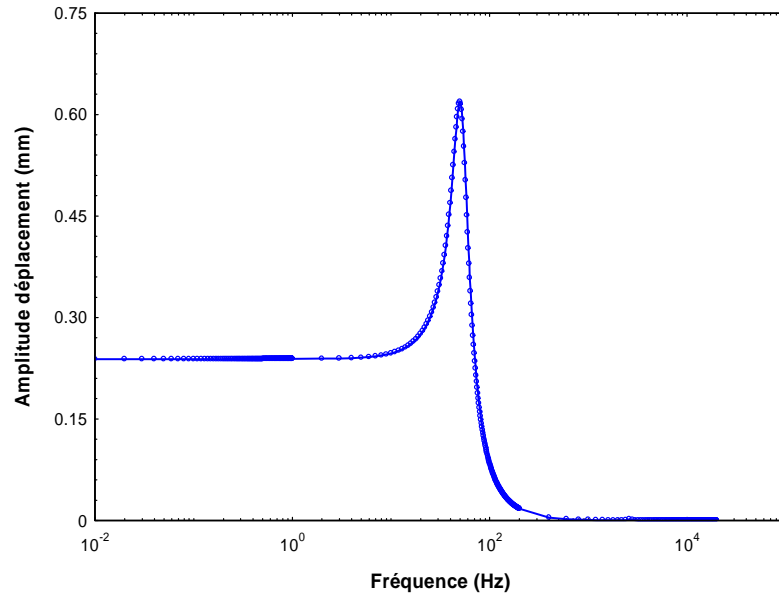


Figure III- 9 : Pic de résonance d'un échantillon de laiton simulé par le modèle

Sur le graphe suivant (Figure III- 10), les mesures expérimentales sont comparées aux prédictions.

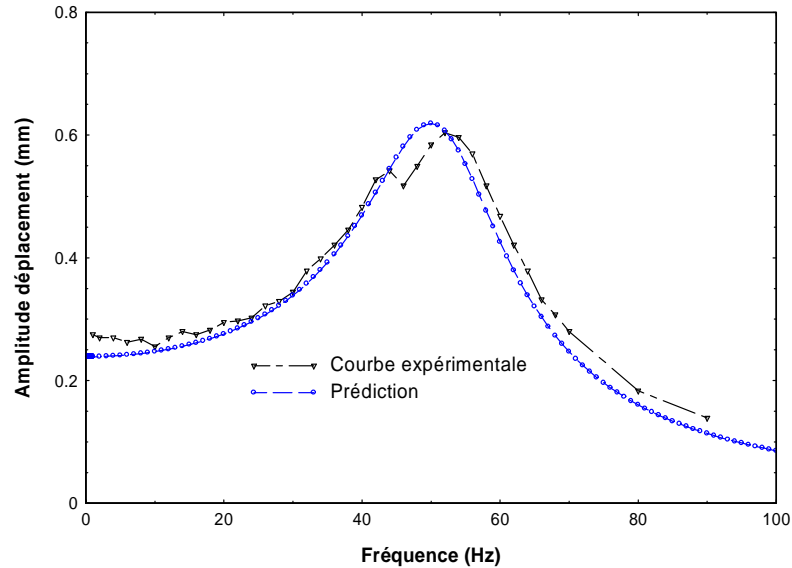


Figure III- 10 : Comparaison des pics de résonance simulé et mesuré

L'écart entre les deux courbes est minimale. Le niveau d'adéquation est satisfaisant, *le modèle sur cet exemple est tout à fait pertinent.*

#### 1.4 Un outil de prédiction et d'aide à la compréhension

Au fur et à mesure de la réalisation du dispositif, le modèle a permis de dimensionner et d'optimiser certains éléments et également de trancher lorsqu'une décision était a priori délicate à prendre.

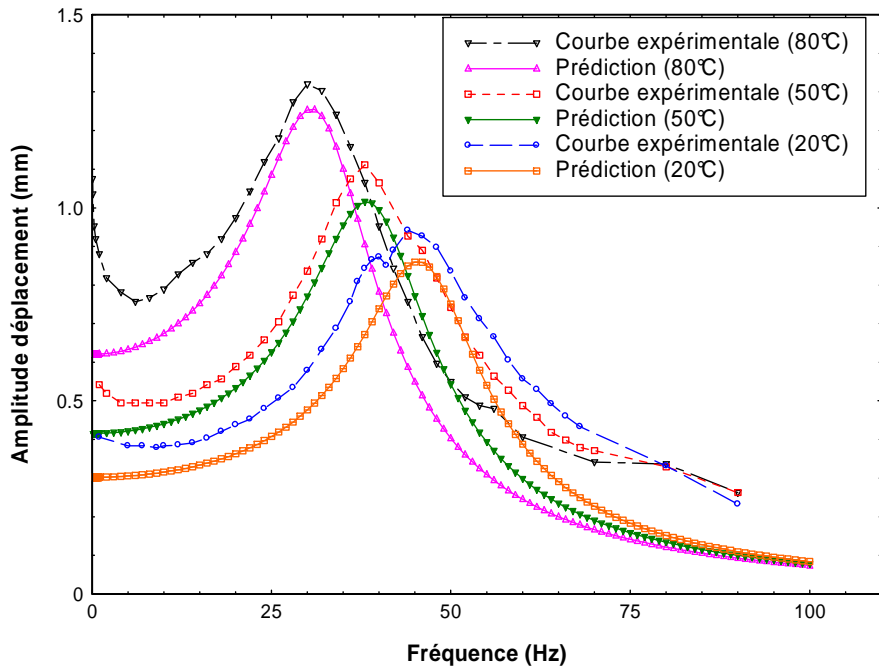
Un des objectifs majeurs est de dimensionner le dispositif de manière à repousser la fréquence de résonance vers les valeurs élevées de fréquence, afin que celle-ci perturbe au minimum les mesures effectuées dans les plages considérées. Le modèle analytique permet de prédire la fréquence de résonance en fonction de plusieurs paramètres : la masse, les propriétés de rigidité et la géométrie de l'échantillon. Dans le paragraphe précédent, nous avons montré la capacité du modèle à prédire le comportement d'un solide élastique. Pour un matériau viscoélastique, et en particulier pour le bois, nous avons vu que ses propriétés varient fortement en fonction de l'essence, de la température, de la teneur en eau et de la durée de sollicitation. Nous avons insisté sur ces points dans le chapitre bibliographique et montré l'intérêt de développer un appareil comme le WAVE<sup>T</sup> qui permette d'accéder à ces valeurs. Nous comprenons donc aisément qu'en l'état des choses, il est impossible de simuler par l'intermédiaire de ce modèle le comportement du bois en fonction de ces paramètres, faute de données.

Dans un premier temps, faisons l'hypothèse grossière que les propriétés du bois sont indépendantes de la fréquence. Le comportement d'un bois de chêne saturé en eau est alors simulé à l'aide du modèle. Les valeurs des modules  $E'$  et  $E''$  utilisées pour cette simulation sont répertoriées dans le Tableau III- 1. Il s'agit d'ordres de grandeur établis à partir de données bibliographiques (Saadi 2002) et également à partir de campagnes de mesures effectuées, au laboratoire, à l'aide du DMA sur des échantillons provenant du même arbre que celui qui sera testé avec le WAVE<sup>T</sup>. Ces valeurs correspondent à des échantillons saturés en eau, pour une fréquence de 1 Hz, dans la direction radiale à différentes températures.

Température (°C)	$E'$ (MPa)	$E''$ (MPa)
20	1000	80
50	630	60
80	300	30

**Tableau III- 1 : Ordre de grandeur des modules de stockage et de perte pour du bois de Chêne dans la direction radiale, à une fréquence de 1 Hz.**

Cette simulation est comparée aux mesures effectuées par le WAVE<sup>T</sup>. Le graphique de la Figure III- 11 montre que pour déterminer la fréquence de résonance, cette approximation n'est pas aberrante.



**Figure III- 11 : Superposition des pics de résonance simulés et mesurés pour des échantillons de chêne à plusieurs températures pour une fréquence de 1 Hz**

La fréquence de résonance prédite par le modèle correspond parfaitement à la fréquence de résonance mesurée. Les écarts majeurs à basse fréquence s’expliquent en partie par le fait que le modèle ne tient pas compte des variations des propriétés en fonction de la fréquence.

Considérant que l’approximation d’indépendance des propriétés par rapport à la fréquence n’est pas aberrante pour prédire la fréquence de résonance des échantillons de bois, nous avons exploité le modèle afin d’optimiser la masse du système de sollicitation et la dimension des éprouvettes.

Masse tige + mors (g)	Fréquence de résonance (Hz) échantillon chêne à 20°C
90	28
70	30
50	34

Section échantillon (mm <sup>2</sup> )	Fréquence de résonance (Hz) échantillon chêne à 20°C
13.5x6	28
13.5x8	44
13.5x10	59



Section échantillon (mm <sup>2</sup> )	Fréquence de résonance (Hz) échantillon laiton
7x2.5	47
8x3	63
9x3.5	83
10x4	106

***Tableau III- 2 : Prédiction de la fréquence de résonance d'échantillons de nature et de section variables dans diverses configurations***

Il apparaît clairement que la masse du système de sollicitation fait varier la fréquence de résonance (Tableau III- 2). Plus le système est léger plus la valeur de la fréquence de résonance est élevée. De cette manière, le dimensionnement des mors a été optimisé, mais évidemment cette diminution de la masse présente ses limites. De plus, nous pouvons remarquer que l'influence de la masse est moindre par rapport aux effets de la section et de la rigidité du matériau.

En effet, plus un échantillon est rigide, plus sa fréquence de résonance est haute. Bien sûr, on ne maîtrise pas la rigidité des échantillons que l'on aura à tester. Ainsi, la seule manière d'augmenter la rigidité de l'échantillon est d'augmenter sa section.

Seulement, il existe une dualité entre l'hypothèse « géométrie poutre » de la Rdm qui exige un échantillon élancé et la résonance qui est d'autant plus haute que la section de l'échantillon est importante. En d'autres termes, plus on augmente la section de l'échantillon, plus on repousse la résonance, mais moins on remplit l'hypothèse « poutre » de la Rdm.

La dimension des échantillons résulte donc d'un consensus entre ces deux exigences antagonistes.

## 2 Le calcul des propriétés viscoélastiques

Dans cette première partie que nous venons d'achever, nous avons souligné le rôle majeur qu'a joué le modèle analytique dans la phase d'élaboration et de perfectionnement du dispositif WAVE<sup>T</sup>. Cet outil présente également l'avantage considérable de pouvoir corriger les mesures des propriétés viscoélastiques perturbées par les phénomènes de résonance. Avant d'aborder plus en détail ces notions de correction de mesures, il est bon de présenter le principe de détermination des propriétés viscoélastiques ainsi que les précautions prises dans ce domaine.

### 2.1 Principe

Tout d'abord, intéressons-nous au calcul des propriétés viscoélastiques à partir des données brutes récoltées en bout de chaîne d'acquisition par l'oscilloscope. Ce dernier permet de suivre l'évolution de la force et du déplacement en fonction du temps. A partir des caractéristiques de ces signaux analogiques, il est possible de déterminer les propriétés viscoélastiques du matériau testé, à savoir le module de stockage  $E'$ , le module de perte  $E''$ , et le coefficient de perte  $\tan\delta$ .

Les signaux de force et déplacement sont des fonctions sinusoïdales du temps qui possèdent la même fréquence  $f$  mais qui sont déphasées d'un angle  $\delta$  l'une par rapport à l'autre (cet aspect a été abordé dans le chapitre bibliographique). Les amplitudes sont également différentes l'une de l'autre.

L'oscilloscope récupère les signaux des conditionneurs des capteurs sous forme de tension exprimée en volts. L'étalonnage des capteurs permet de convertir les valeurs de tension respectivement en force (exprimée en N) et en déflexion (exprimée en mm).

$$F = F_0 \cdot \sin(2\pi \cdot f \cdot t + \alpha_1)$$

$$H = H_0 \cdot \sin(2\pi \cdot f \cdot t + \alpha_2)$$

avec :

$F_0$  amplitude de la force (N)

$H_0$  amplitude du déplacement (m)

$f$  fréquence (Hz)

$t$  temps (s)

$\alpha_1$  phase du signal de force

$\alpha_2$  phase du signal de déplacement

La formule de la déformée établie préalablement, permet de relier ces paramètres à la rigidité du matériau :

$$E_0 = \frac{F_0 \cdot l_0^2 (6L - 2l_0)}{bh^3 H_0}$$

$E_0$  : module de  $E^*$  (module au sens des nombres complexes).

Sous forme complexe, on a :

$$E^* = E_0 e^{j\delta} \text{ avec } \delta = \alpha_1 - \alpha_2 \text{ et}$$

$$E^* = E' + jE'' \quad \text{avec} \quad \begin{aligned} E' &= E_0 \cos \delta \\ E'' &= E_0 \sin \delta \end{aligned}$$

$$\tan \delta = \frac{E''}{E'}$$

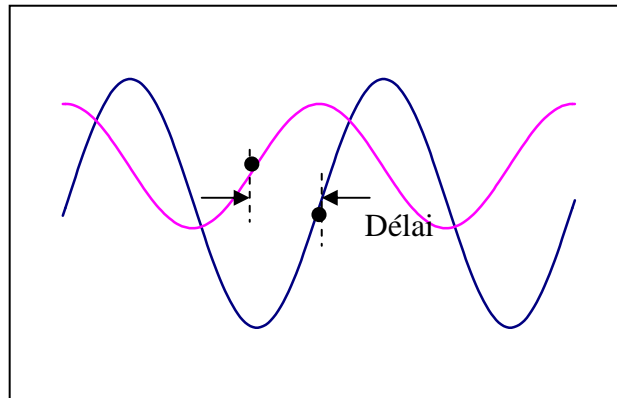
L'oscilloscope est capable de mesurer avec une grande précision l'amplitude des signaux  $F_0$ ,  $H_0$ . La pertinence du calcul dépend donc directement de la précision avec laquelle est déterminé le déphasage  $\delta$ .

## 2.2 Les méthodes de calcul du déphasage

Plusieurs outils ou méthodes plus ou moins précises et plus ou moins « lourdes » permettent de déterminer la valeur d'un déphasage entre deux signaux sinusoïdaux. On se propose ici de passer en revue quelques méthodes. Cette liste n'est pas exhaustive.

Deux méthodes directes via l'oscilloscope sont classiquement utilisées pour la mesure des déphasages : la « méthode directe » (en mode normal) et la méthode de Lissajous (en mode XY).

L'oscilloscope permet de réaliser des mesures de délai et de déphasage. Le délai correspond au temps écoulé entre les fronts montants de 2 voies à 50% de l'amplitude des signaux. Le déphasage est la différence de phase entre les signaux de 2 voies, il est exprimé en degrés (Figure III- 12).



**Figure III- 12 : Détermination du déphasage par « méthode directe »**

La méthode de Lissajous est obtenue en visualisant à l'écran les 2 signaux de même pulsation en mode XY. Le mode XY convertit l'affichage volts dans le temps de l'oscilloscope en affichage volts par rapport aux volts en utilisant les deux voies d'entrée.

Le déphasage est alors calculé à l'aide des caractéristiques de l'ellipse obtenue (Figure III- 13). Si le déphasage est de 0 ou 180°, l'ellipse se réduit à une droite.

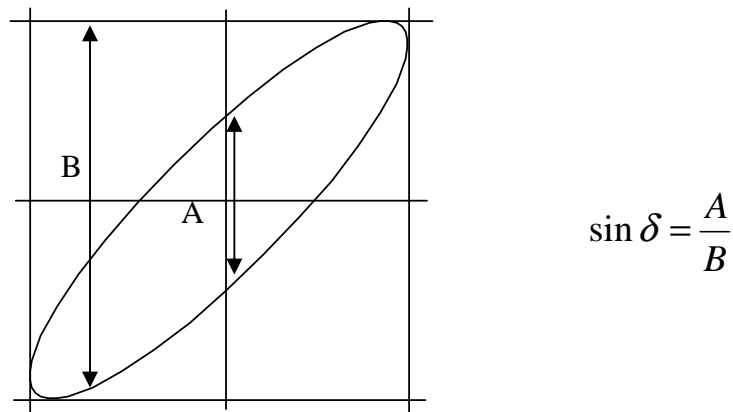


Figure III- 13 : Détermination du déphasage par la méthode de Lissajous

Certaines études (Duhoo, 2001) montrent que la méthode de Lissajous donne de meilleurs résultats pour des valeurs de déphasage inférieures à 65°. Malgré tout, cette mesure s’accompagne d’une incertitude due à la lecture des valeurs de A et de B.

L’inconvénient majeur de ces deux méthodes est que la mesure n’est réalisée que sur une période complète. Le bruit expérimental peut alors s’exprimer et donner lieu à des valeurs erronées. C’est pourquoi nous avons mis au point une méthode d’identification capable de fonctionner sur plusieurs périodes.

L’analyse du signal par Transformée de Fourier (FFT) a été testée. Malheureusement, des difficultés liées à l’échantillonnage associées au fait que cette méthode ne permette pas de visualiser la forme des courbes, nous ont conduit à nous tourner vers une autre méthode numérique qui réponde mieux aux exigences de la situation.

## 2.3 La méthode retenue : détermination du déphasage par méthode inverse

### 2.3.1 Principe

La méthode retenue pour l’identification des signaux issus de l’oscilloscope est la méthode inverse. Elle consiste à trouver les paramètres de l’équation de la courbe qui décrit le plus fidèlement possible la courbe formée des points expérimentaux.

Cette méthode permet de déterminer les paramètres des équations par identification en minimisant l’écart entre la courbe simulée et la courbe mesurée. Une fonction, appelée « fonction objective » permet de mesurer l’écart entre les valeurs simulées et les valeurs mesurées. Cette dernière est minimisée grâce à l’algorithme du simplexe. La méthode du simplexe permet de calculer le minimum d’une fonction sans passer par sa dérivée, il s’agit donc d’une méthode robuste.

Les courbes expérimentales de la force et du déplacement répondent aux équations suivantes :  
Equation de la courbe représentant la force appliquée :

$$F = Y_1 + F_0 \cdot \sin(2 \cdot \pi \cdot f \cdot t + \alpha_1)$$

Equation de la courbe représentant le déplacement engendré :

$$H = Y_2 + H_0 \cdot \sin(2\pi \cdot f \cdot t + \alpha_2)$$

Les paramètres à optimiser sont au nombre de 7 :  $Y_1, Y_2, F_0, H_0, \alpha_1, \alpha_2, f$

La fréquence est considérée comme une variable. Bien qu'imposée au niveau du signal de départ, le fait de la considérer comme une variable permet d'ajuster sa valeur et ainsi de couvrir les éventuelles incertitudes de mesure liées au fonctionnement des appareils.

Dans ce cas, les deux signaux doivent être traités simultanément afin que les paramètres soient optimisés pour une même et unique fréquence.

La fonction objective  $\varphi$  est minimisée au sens des moindres carrés. Elle est définie comme ci-dessous :

$$\varphi = \frac{\sum_{\text{Point expérimentaux}} (F_{\text{calculée}} - F_{\text{mesurée}})^2 + \sum_{\text{Point expérimentaux}} (H_{\text{calculée}} - H_{\text{mesurée}})^2}{\text{Nombre de points expérimentaux}}$$

La méthode du simplexe consiste à rechercher un minimum global. Or les pièges posés par les minima locaux sont nombreux. Les valeurs de départ estimées et injectées dans l'algorithme doivent donc être suffisamment proches des valeurs optimales.

Pour la fréquence et les amplitudes de force et déplacement, les valeurs correspondent aux valeurs mesurées par l'oscilloscope sur les signaux expérimentaux. Les valeurs des phases et des ordonnées à l'origine sont données par défaut.

Une première optimisation est réalisée à partir de ces valeurs avec une erreur admise de  $10^{-3}$ .

Les valeurs identifiées sont alors réinjectées dans le simplexe pour une nouvelle optimisation avec une exigence de précision plus grande ( $10^{-5}$ ). La stabilité de la solution est ainsi vérifiée.

Au final, les valeurs sont acceptées ou rejetées en fonction de la valeur du critère. En cas de doute, une vérification graphique s'impose. La détermination de la valeur du critère est traitée dans le paragraphe suivant. La Figure III- 14 synthétise le principe de fonctionnement de la méthode inverse.

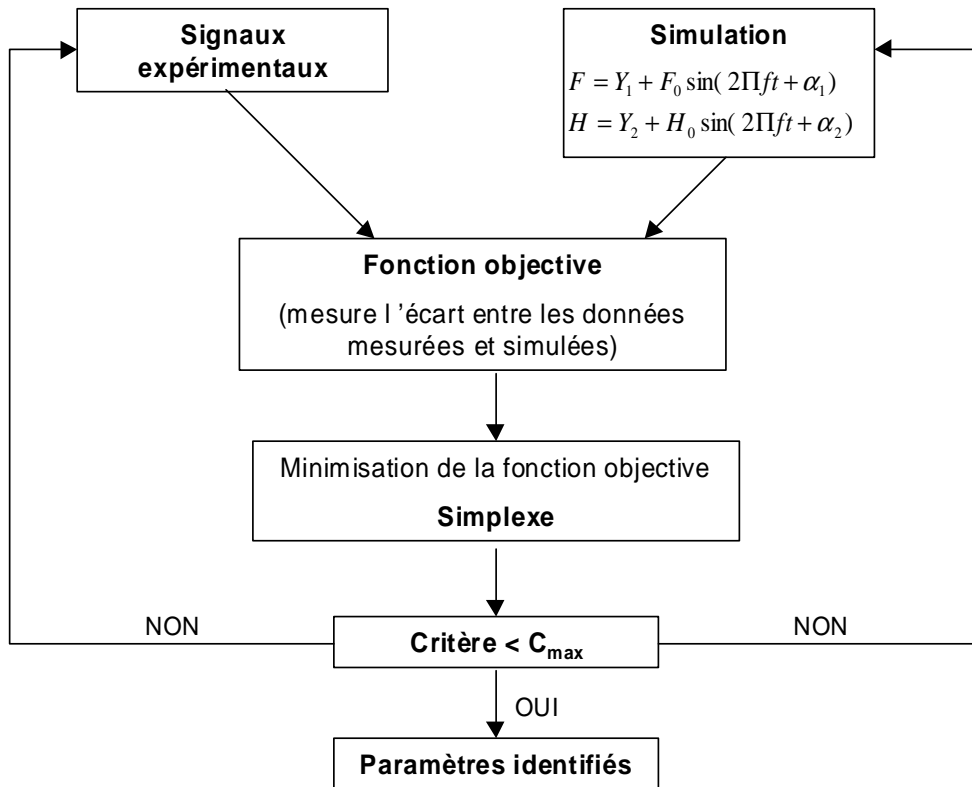


Figure III- 14 : Principe de fonctionnement de la méthode inverse

La Figure III- 15, qui présente un exemple précis d'identification de paramètres à partir d'un signal expérimental, permet d'apprécier le bon niveau d'adéquation entre les valeurs mesurées et les valeurs simulées.

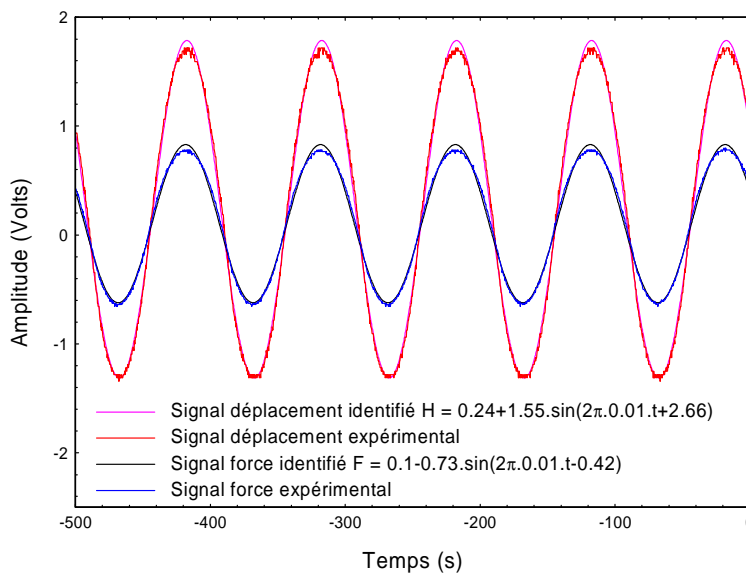


Figure III- 15 : Exemple de signaux bruts et des courbes lissées

Les paramètres des équations sont toujours identifiés à partir d'un signal expérimental formé d'environ 2000 points. Le nombre de périodes varie selon la fréquence considérée.

Un programme écrit en langage Fortran a été développé afin de réaliser cette optimisation. Il utilise la méthode du simplexe grâce à un algorithme fourni par Numerical Recipes.

A partir des valeurs identifiées, il est alors possible de calculer le déphasage entre la force et le déplacement ( $\delta = \alpha_2 - \alpha_1$ ), puis l'ensemble des propriétés viscoélastiques.

### *2.3.2 Détermination d'une valeur seuil pour le critère*

La méthode inverse, utilisée pour l'identification des paramètres, fait appel à un critère qui est minimisé au sens des moindres carrés. Il traduit le niveau d'adéquation entre la courbe expérimentale et la courbe identifiée. Il est nécessaire de déterminer un seuil en dessous duquel le niveau d'adéquation n'est pas suffisant et pour lequel les paramètres identifiés ne peuvent être retenus.

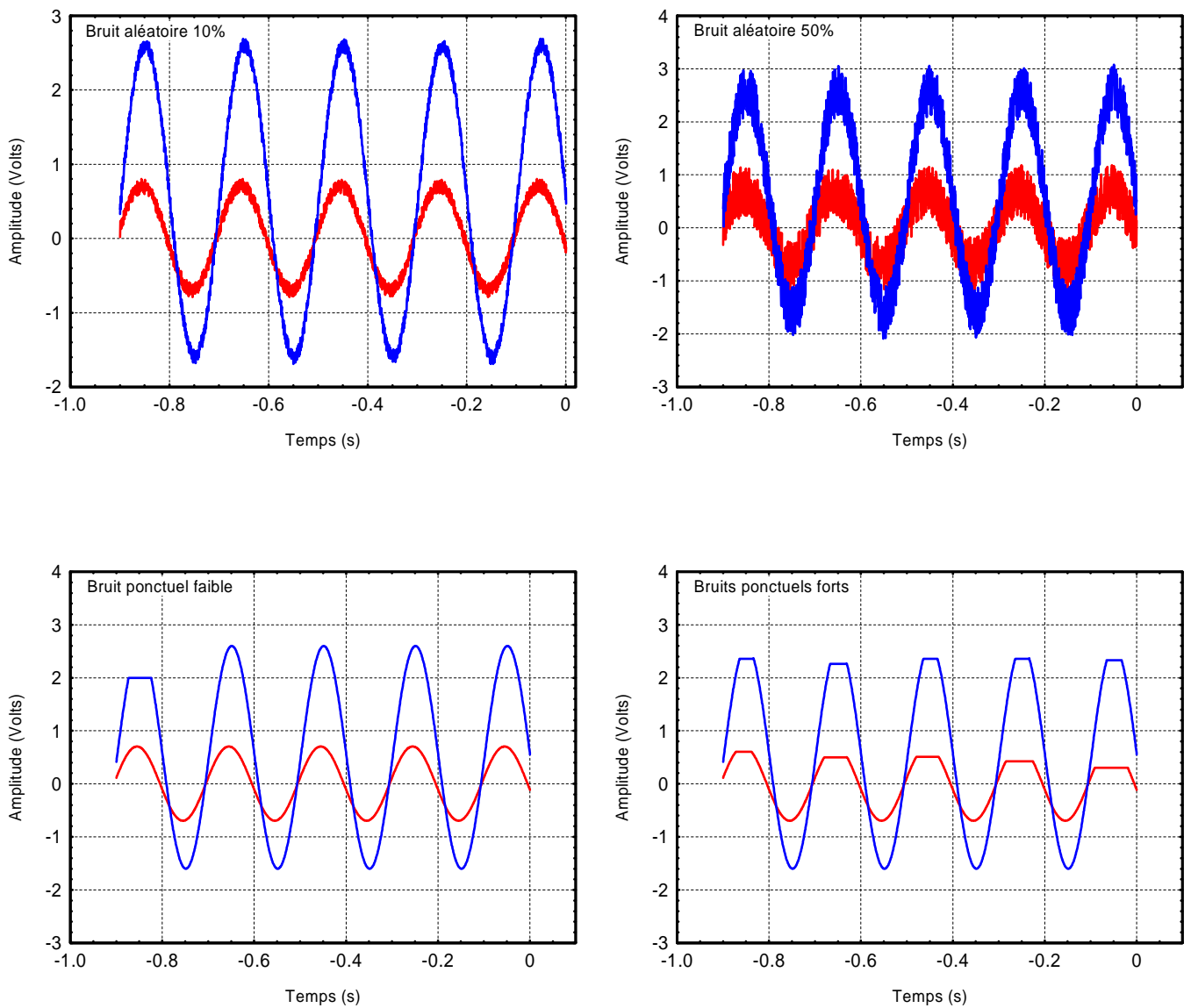
La détermination de cette valeur seuil n'est pas, a priori, évidente. En effet, plusieurs paramètres peuvent être à l'origine de la dépréciation du critère. Des paramètres liés au mode de calcul du simplexe : le simplexe trouve un minimum local, il faut alors élargir les plages à explorer afin de trouver le minimum global. D'autres paramètres liés à la nature des courbes à identifier : signaux fortement bruités, déformés...

Pour s'affranchir des problèmes de minima locaux, l'identification des paramètres est gérée en plusieurs étapes au cours desquelles l'estimation et la précision des paramètres à identifier sont définies judicieusement. Certains paramètres peuvent être « bloqués » à leur valeur estimée à une certaine étape afin d'éviter que le simplexe ne « s'égaré » et tombe dans un minimum local.

Une fois ce problème de minimum résolu, la valeur du critère ne dépend plus que de la qualité des signaux expérimentaux. Il s'agit donc de déterminer une valeur seuil à partir de laquelle les paramètres identifiés ne peuvent être retenus. Au-delà de cette valeur, les signaux expérimentaux sont tellement bruités qu'il n'est plus possible d'identifier des paramètres qui les représentent correctement.

Une première approche a consisté à générer des signaux sinusoïdaux avec un bruit aléatoire ou ponctuel à partir de sinusoïdales parfaites. Les paramètres sont identifiés avec la méthode du simplexe. La valeur du critère est mise en parallèle avec l'exactitude des paramètres identifiés (Figure III- 16).

Il en ressort que d'une manière générale, pour des valeurs de critère inférieures à  $10^{-2}$ , les paramètres identifiés sont pertinents. Quelquefois la valeur du critère est plus élevée que  $10^{-2}$  et les paramètres identifiés sont cependant satisfaisants. Pour ne prendre aucun risque, la valeur seuil du critère est fixée à  $C_{\max} = 10^{-2}$ . Tous les paramètres identifiés avec un critère plus élevé sont rejetés, une vérification graphique est alors réalisée pour ces valeurs litigieuses.



	Paramètres des sinusoïdes parfaites							Critère
	$Y_1$	$F_0$	$\alpha_1$	$Y_2$	$H_0$	$\alpha_2$	$f$	
	0.5	2.1	3.1	0.005	0.7	3.3	5	
Paramètres identifiés par le simplex								
<b>Bruit aléatoire 10%</b>	0.503	2.1	3.1	0.0053	0.7	3.3	5	<b>3.00E-04</b>
<b>Bruit aléatoire 50%</b>	0.504	1.91	3.13	0.0128	0.66	-2.93	5.01	<b>1.82E-01</b>
<b>Bruit ponctuel faible</b>	0.481	2.07	3.10	0.0042	0.71	3.3	5	<b>9.26E-03</b>
<b>Bruits ponctuels forts</b>	0.501	1.63	2.85	-0.0105	0.23	3.05	4.91	<b>1.94E-01</b>

Figure III- 16 : Identification des paramètres à partir de signaux bruités



## 2.4 Correction des valeurs de déphasage identifiées

Par la méthode inverse qui vient d'être décrite, nous sommes en mesure d'identifier les paramètres régissant l'équation des courbes de force et de déplacement et donc d'en déduire la valeur du déphasage qui existe entre ces deux signaux. Or, les valeurs de déphasage identifiées résultent de trois contributions :

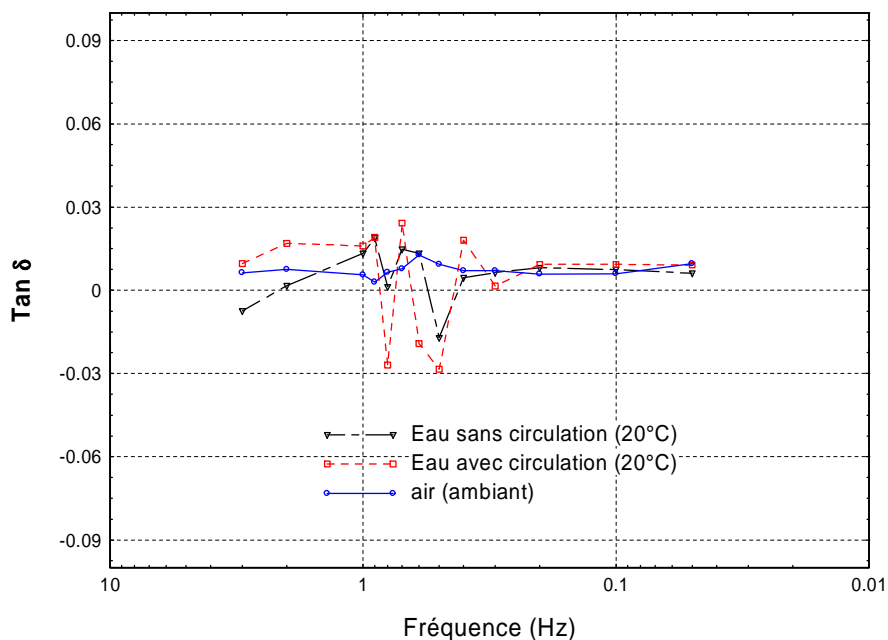
- *viscosité de l'échantillon* ;
- *viscosité de l'eau* (puisque l'échantillon est sollicité dans l'eau) ;
- *inertie du système* (mesures perturbées par la résonance).

Evidemment, seule la part due à la viscosité de l'échantillon nous intéresse. Nous allons donc voir comment à partir d'une valeur brute de déphasage, il est possible d'en ressortir une valeur qui se rapporte uniquement à la viscosité de l'échantillon.

### 2.4.1 Mesures dans l'eau

L'eau possède une viscosité non négligeable. Elle participe donc certainement à l'amortissement des oscillations de l'échantillon testé. De plus, l'eau de l'aquarium n'est pas stagnante, un courant de circulation existe, des turbulences peuvent apparaître. Il peut être à l'origine d'une poussée ou une dépression, qui perturbe les forces mesurées.

Le déphasage d'un échantillon de laiton est mesuré dans l'air, dans l'eau stagnante et en circulation, le tout à température ambiante et pour différentes fréquences. Le laiton est choisi, car il est un matériau purement élastique, sa capacité d'amortissement est nulle quelles que soient les conditions. Les mesures sont synthétisées sur la Figure III- 17.



**Figure III- 17 : Influence de la viscosité de l'eau sur la mesure du déphasage**

L'amortissement dû à la viscosité de l'eau ne semble pas crucial. Par contre le bruit apparaît plus important que pour les mesures effectuées dans l'air. La transmission du bruit est certainement favorisée dans l'eau. Si l'effet de la viscosité de l'eau sur l'amortissement ne

semble pas majeur, celui des mouvements de l'eau (circulation) se révèle important. L'effet de la circulation de l'eau est bien visible pour des fréquences supérieures à 0.3Hz. L'expérience est reproductible, on constate des variations de déphasage d'amplitude similaire à partir de cette fréquence. Le sens des perturbations et l'amplitude pour une fréquence donnée restent variables. Ces perturbations pourraient s'expliquer par la coïncidence de la fréquence de sollicitation avec la fréquence des tourbillons de l'eau.

Il est donc impossible de déduire directement par le calcul l'effet de l'eau sur le déphasage.

Par contre, ces perturbations étant parfaitement aléatoires, en effectuant une analyse sur un grand nombre de périodes, nous pourrions nous affranchir de cet effet perturbateur qui sera de ce fait moyenné à une valeur proche de zéro.

Dans le but de déterminer le nombre de périodes nécessaires pour une identification des paramètres la plus pertinente possible, un travail d'analyse et de traitement de signaux expérimentaux a été réalisé. L'analyse est basée sur des signaux récoltés pour des échantillons de bois dans les conditions expérimentales classiques (dans un bain avec circulation de l'eau). Les signaux sont formés du signal de force et du signal de déplacement, chacun étant constitué de 2000 points et d'un nombre de périodes bien défini.

Ce travail est divisé en deux volets. Une analyse pour les fréquences supérieures à 0,3Hz, où le nombre de périodes, support d'identification, doit permettre de lisser le bruit dû à la viscosité de l'eau. Une seconde analyse pour les fréquences inférieures à 0,3Hz, où les effets de l'eau sont négligeables et pour lesquelles il est préférable de réduire le nombre de périodes dans un souci de gain de temps.

▪ Fréquence inférieure à 0.3 Hz :

A partir d'un même signal composé de 5 périodes, ayant pour fréquence 0.01Hz, les paramètres sont identifiés à l'aide du simplexe, et le déphasage en est déduit à partir de chaque période considérée individuellement.

Période	$\tan\delta$	critère
1	0.017	$8.4 \cdot 10^{-3}$
2	0.060	$4.4 \cdot 10^{-3}$
3	0.052	$4.5 \cdot 10^{-3}$
4	0.060	$3.8 \cdot 10^{-3}$
5	0.065	$3.3 \cdot 10^{-3}$

**Tableau III- 3 : Détermination du coefficient de perte par méthode inverse à partir de chaque période d'un signal formé en tout de 5 périodes**

Le Tableau III- 3 montre que les résultats trouvés varient fortement d'une période à l'autre ( $\tan\delta$  variant entre 0.017 et 0.065). Pour la première période, le critère est quasiment doublé par rapport aux autres périodes. Il s'agit d'une période sur laquelle les signaux sont particulièrement bruités. Mais il est tout à fait possible que pour une période donnée, le critère

soit faible mais que les paramètres soient moins représentatifs du signal de base. Ceci confirme ce qui a été dit auparavant, il n'est pas raisonnable d'envisager d'identifier le déphasage à partir d'une seule période.

Il s'agit donc de savoir sur combien de périodes l'identification doit être basée afin d'obtenir la valeur la plus pertinente. La démarche est réalisée cette fois-ci en considérant simultanément 2, 3, 4 puis 5 périodes.

Nombre de périodes	$\tan\delta$	critère
2	0.059	$4.2.10^{-3}$
3	0.059	$4.3.10^{-3}$
4	0.058	$4.3.10^{-3}$
5	0.059	$4.25.10^{-3}$

**Tableau III- 4 : Détermination du coefficient de perte par méthode inverse en fonction du nombre de périodes (fréquence du signal 0.01 Hz)**

L'identification des paramètres est d'autant plus judicieuse que le nombre de périodes composant le signal est élevé (Tableau III- 4). ***Pour des raisons de compromis précision/temps et pour des fréquences inférieures à 0.03 Hz, les paramètres seront déterminés systématiquement sur 2 périodes.*** En réduisant ainsi le nombre de périodes, on ne perd pas d'information et le gain de temps est majeur.

▪ Fréquence supérieure à 0.3Hz :

Pour des fréquences plus élevées, afin de lisser le bruit dû à la présence de l'eau, il paraît judicieux de se baser sur un nombre de périodes important pour identifier les paramètres des signaux. Chaque signal étant formé de 2000 points, nous avons choisi d'effectuer nos acquisitions sur 20 périodes, chaque période est alors définie par une centaine de points. A partir d'un signal formé de 20 périodes enregistré à 10 Hz, les paramètres sont identifiés à partir de chaque période prise individuellement. Le coefficient de perte trouvé pour les différentes périodes varie entre 0.123 et 0.139, pour des critères du même ordre de grandeur. Ces écarts traduisent l'expression du bruit expérimental. Afin de vérifier la pertinence du choix de 20 périodes, les paramètres sont successivement identifiés à partir de 2,3,...20 périodes.

Le Tableau III- 5 montre que le critère est légèrement supérieur pour une identification basée sur 20 périodes. Le lissage du bruit implique forcément une moins bonne superposition des courbes expérimentales et identifiées à l'origine de cette augmentation.

Nombre de périodes	$\tan\delta$	critère
1	0.127	$4.6 \cdot 10^{-3}$
2	0.133	$4.7 \cdot 10^{-3}$
3	0.133	$4.0 \cdot 10^{-3}$
4	0.133	$4.3 \cdot 10^{-3}$
5	0.132	$4.2 \cdot 10^{-3}$
10	0.130	$4.3 \cdot 10^{-3}$
15	0.129	$4.4 \cdot 10^{-3}$
20	0.129	$5.4 \cdot 10^{-3}$

**Tableau III- 5 : Détermination du coefficient de perte par méthode inverse en fonction du nombre de périodes (fréquence du signal 10 Hz)**

### 2.4.2 Inertie du système

Dans le paragraphe précédent, nous avons vu que le modèle analytique développé s'avère être un excellent outil de simulation et de détermination de la fréquence de résonance. Au-delà de ce rôle, le modèle peut être exploité différemment pour corriger les mesures perturbées par la résonance (Figure III- 18).

Ainsi, en injectant dans le modèle les valeurs brutes de force et de déplacement mesurées par le WAVE<sup>T</sup>, le modèle est capable de dissocier la part de déphasage due à l'inertie du système de celle due à la viscosité de l'échantillon.

	Outil de prédiction	Outil de correction
Données d'entrée	Propriétés du matériau ( $E'$ , $E''$ )	F, H mesurées par le dispositif
Données calculées	$F(\omega)$ $H(\omega) \rightarrow$ résonance	$\tan\delta$ affranchi de la résonance

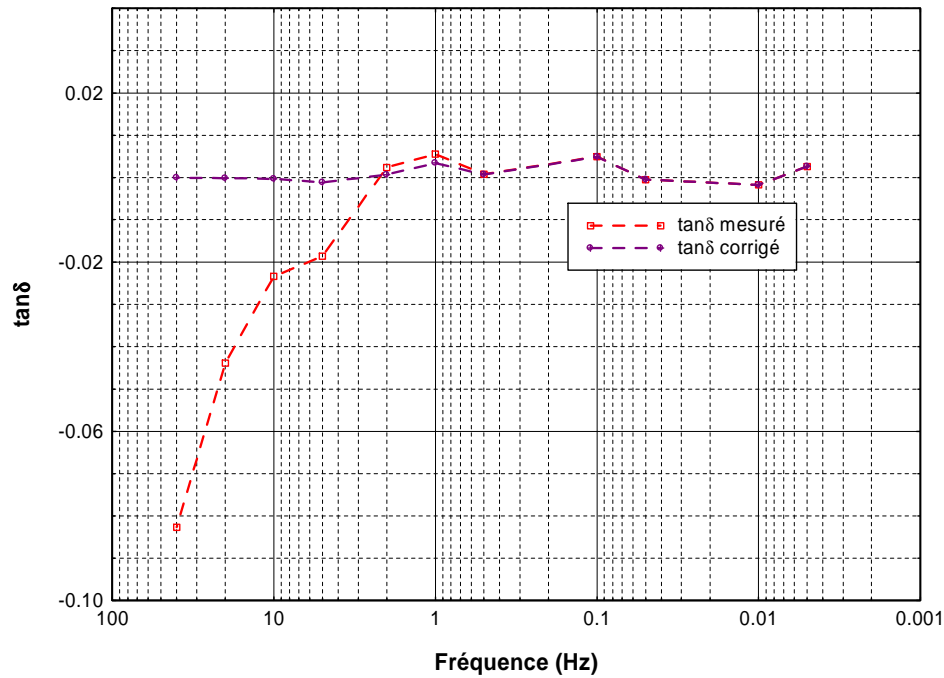
**Figure III- 18 : Les utilisations possibles du modèle**

Classiquement, on considère que les mesures sont valables pour des fréquences inférieures au dixième de la fréquence de résonance. L'idée est d'utiliser le modèle pour corriger les mesures réalisées au-delà du dixième de la résonance en décorrélant la part du déphasage due à l'échantillon de celle due à l'inertie du système. En effet, le pic de résonance apparaît pour certains échantillons en dessous de 30Hz. Grâce au modèle, il est possible de corriger les valeurs expérimentales enregistrées jusqu'à environ 10Hz.

La validité de la correction est dans un premier temps testée sur un échantillon de laiton.

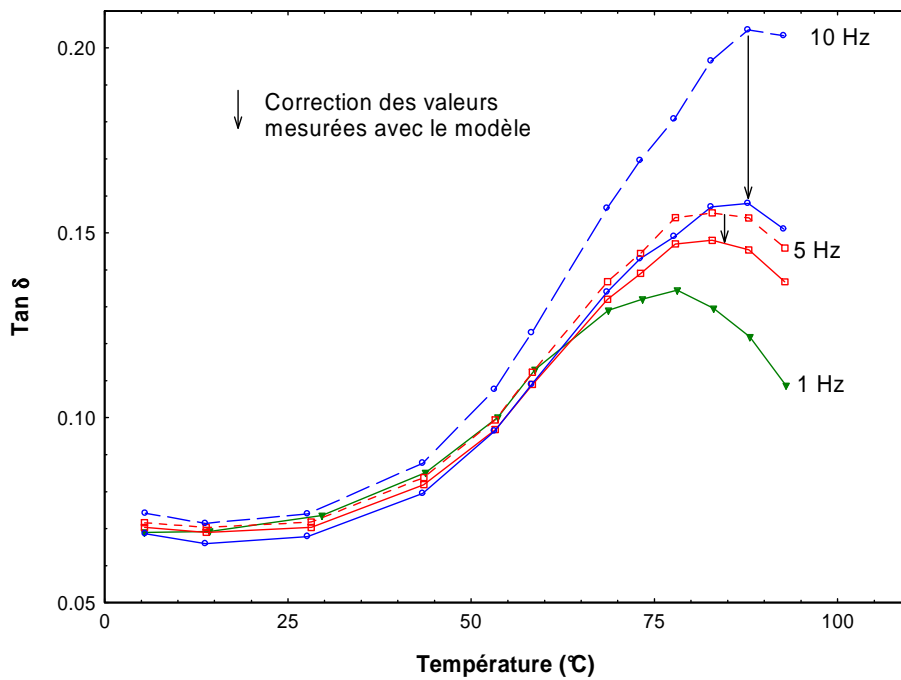
Le coefficient de perte est mesuré sur un échantillon de laiton. La fréquence de résonance est mesurée autour de 44Hz. Nous pouvons constater que les valeurs de déphasage sont aberrantes à partir de 4 Hz (Figure III- 19).

Le modèle est utilisé pour corriger l'erreur due à la résonance et on constate sur le graphique de la Figure III- 19 qu'il est capable de redresser la courbe du coefficient de perte.



**Figure III- 19 : Correction du coefficient de perte perturbé par la résonance à l'aide du modèle analytique pour un échantillon de laiton**

Le graphique suivant (Figure III- 20) regroupe les résultats expérimentaux et les corrections effectuées à l'aide du modèle pour un échantillon de Chêne.



**Figure III- 20 : Exemple de correction des mesures du coefficient de perte pour un essai multifréquence réalisé sur un échantillon de Chêne**

La Figure III- 20 montre bien que plus la fréquence augmente, plus l'influence de l'inertie sur l'amortissement est grande et donc plus la correction est importante.

Bien évidemment, la fréquence de résonance avec un échantillon viscoélastique varie en fonction de la température, du temps... Ainsi, la correction s'étend sur une plage de fréquence plus ou moins vaste en fonction de l'échantillon. Pour l'échantillon considéré la correction est effective au-delà de 3Hz pour une fréquence de résonance autour de 30Hz.

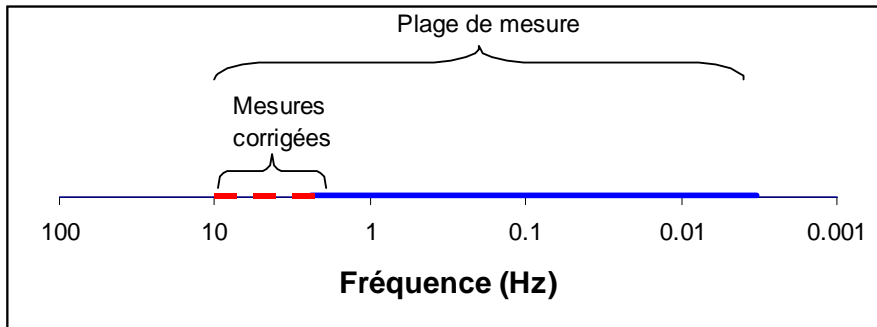


Figure III- 21 : Etendue de la plage de mesure en fréquence

La Figure III- 21 montre l'étendue de la plage de mesure en fréquence du système WAVE<sup>T</sup>. Grâce aux corrections apportées par le modèle, il est capable de couvrir quasi-intégralement 4 décades.

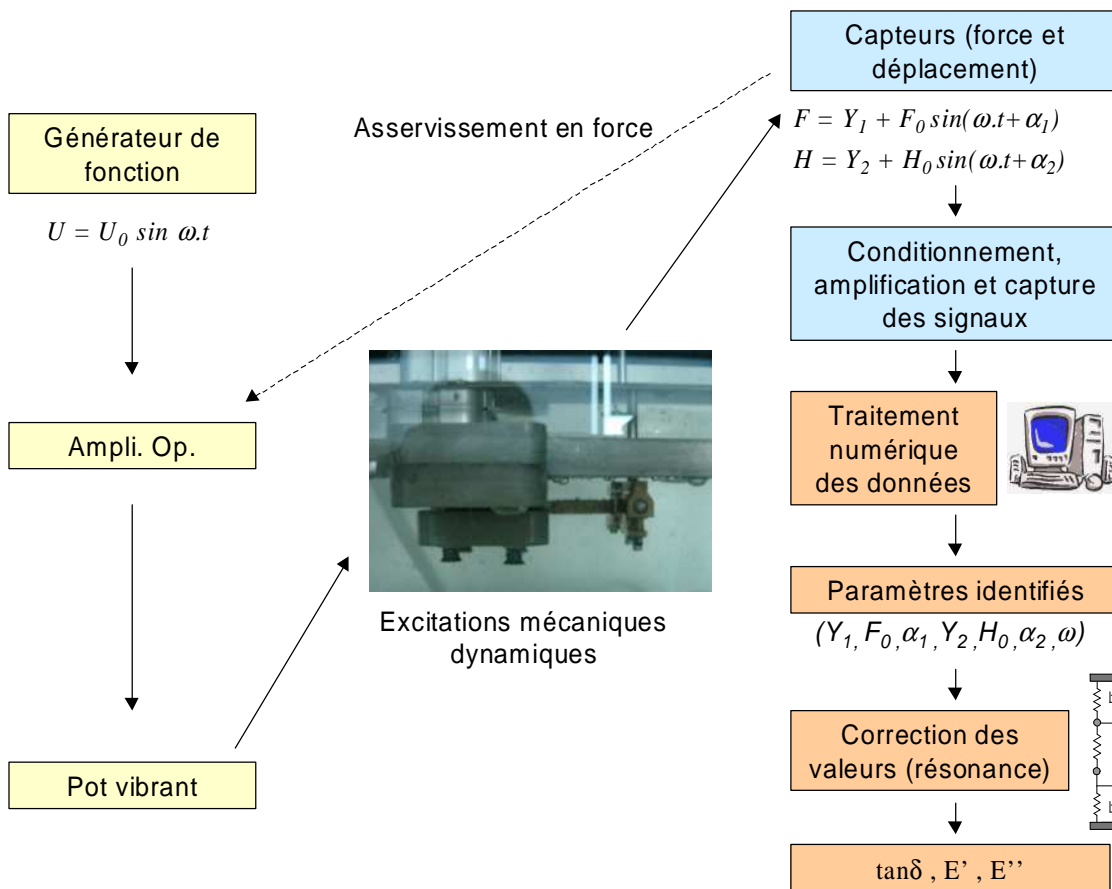


Figure III- 22 : Fonctionnement de la chaîne d'analyse et de traitement des données

La Figure III- 22 résume le principe de fonctionnement du système WAVE<sup>T</sup>, de l'élaboration et de la modulation des signaux sources jusqu'au traitement des données, en passant par le traitement du signal.

Ce schéma illustre l'étendue et la diversité des tâches à accomplir pour mesurer proprement les propriétés viscoélastiques d'un échantillon de bois. Face à cette multitude et à cette diversité d'actions, le concept de pilotage automatique s'impose naturellement.

Il est bon également de préciser que des mesures avec balayage sur l'ensemble de la plage de fréquence peuvent largement dépasser une vingtaine d'heures. Les mesures en routine sont donc nécessaires et nous verrons dans le prochain paragraphe comment elles sont mises en œuvre.

## 3 Pilotage du dispositif

### 3.1 Structure du programme

Une interface Visual Basic a été développée afin d'assurer un pilotage autonome du dispositif expérimental. Elle permet de piloter depuis un PC les différents appareils mis en jeu : oscilloscope, générateur de fonction, thermocryostat, centrale d'acquisition.

La communication avec ces différents appareils se fait par l'intermédiaire de ports RS232, grâce à des contrôles ActiveX basées sur le « Component Object Model » (MSCom). Les contrôles ActiveX utilisent l'interface OLE (Object Linking and Embedding) de Windows pour communiquer avec leur environnement.

Cette interface permet un pilotage automatique du dispositif pendant l'expérimentation et réalise également une partie du traitement des données. Elle rend le dispositif expérimental complètement autonome et permet de réaliser des mesures en routine.

Pour l'identification des paramètres par méthode inverse, un programme a été développé en Fortran. Il utilise un sous-programme fourni par le Numerical Recipes, basé sur la méthode du simplexe. Une DLL (Dynamic Link Library) permet de faire appel au programme fortran à partir de Visual Basic et assure ainsi l'identification des paramètres au fur et à mesure des acquisitions de données.

### 3.2 Mode de fonctionnement

Au début de l'expérience, l'opérateur doit saisir le protocole expérimental voulu (fréquences, nombre et nature des paliers ou rampes de température...). Il lance ensuite le programme, et tout se déroule automatiquement sans la moindre intervention de l'opérateur. Il ne lui reste plus qu'une fois l'expérience terminée, à récupérer un fichier de données traitées. Dans ce fichier, on dispose directement des courbes  $E' = f(T, \omega)$ ,  $E'' = f(T, \omega)$ ,  $\tan \delta = f(T, \omega)$ .

L'utilisation du pilote est relativement souple. Il permet de choisir parmi plusieurs protocoles prédéfinis : palier de température avec fréquence unique ou balayage en fréquence, rampe de température avec fréquence unique ou balayage en fréquence...ou bien de construire des protocoles sur mesure.

#### *Données d'entrée :*

- choix de la ou des température(s) : niveau (5 à 95°C), palier ou rampe.
- choix de la ou des fréquence(s) de sollicitation (0.002 Hz à 10 Hz). Le programme opte pour l'asservissement en force ou non selon la fréquence de sollicitation.
- choix de la force appliquée à l'échantillon : 0.1 à 10N. Le réglage de la force en fonction de la nature de l'échantillon. L'objectif est de rester dans le domaine viscoélastique linéaire (déformation de 0.01 à 0.1%), à un niveau de contrainte largement inférieur de la contrainte de rupture. Le niveau de déformation reste constant au cours d'un essai.



- l'opérateur peut également choisir de réaliser les essais à une contrainte moyenne nulle. La position de l'échantillon est dans ce cas réglée à chaque instant de manière à ce que la contrainte moyenne appliquée à l'échantillon soit nulle.

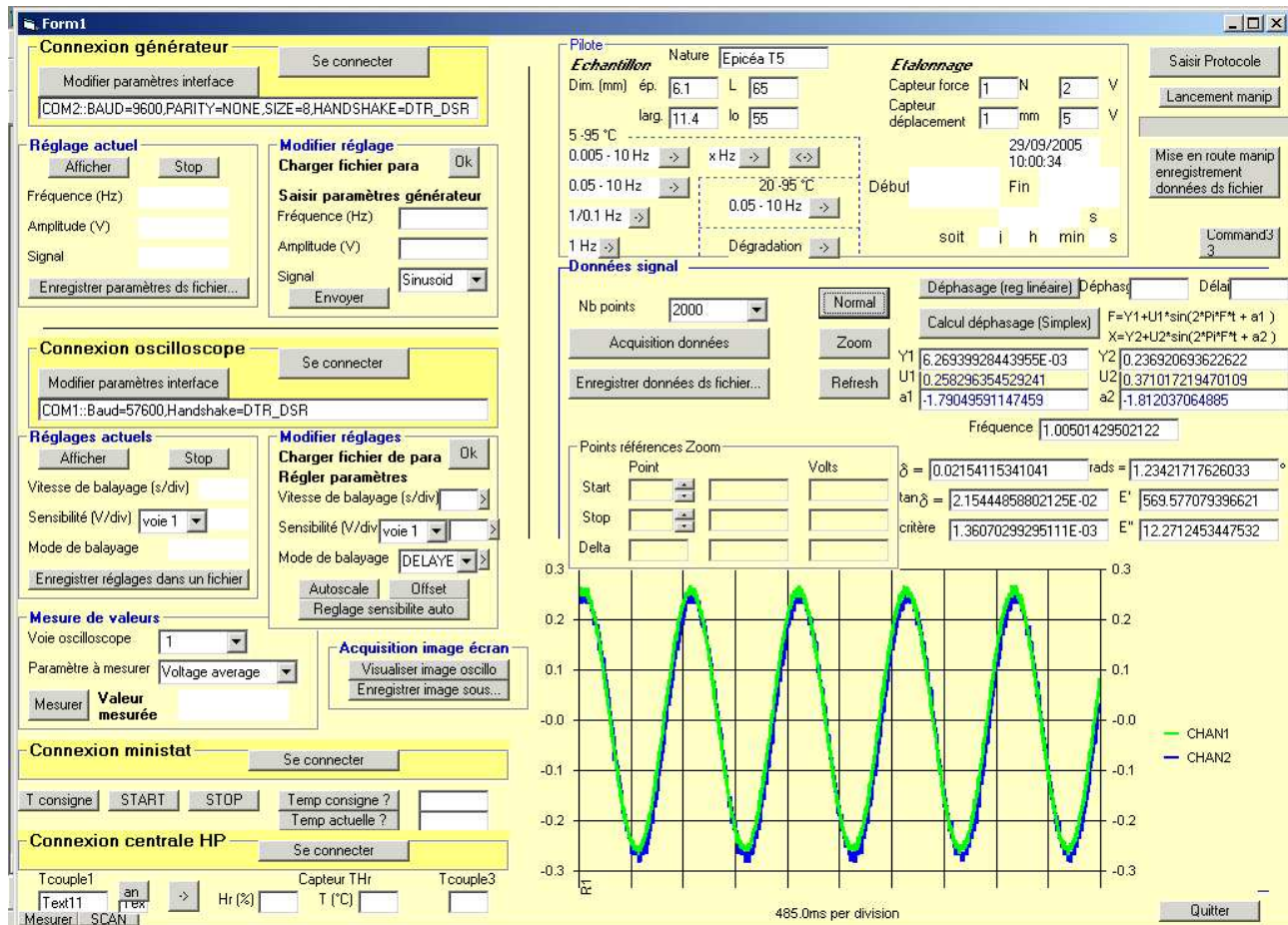


Figure III- 23 : Aperçu du logiciel de pilotage

La Figure III- 23 donne un bref aperçu de la fenêtre de l'interface d'acquisition.

**Acquisition et traitement des données :**

Pour chaque température et fréquence programmées, les propriétés viscoélastiques ( $E'$ ,  $E''$ ,  $\tan\delta$ ) de l'échantillon sont mesurées. Une fois la température de l'eau stabilisée à la valeur désirée (au dixième de degré près), et après avoir attendu la mise à température de l'échantillon (2 à 3 minutes), les signaux de force et déplacement sont enregistrés et analysés. Pour chaque mesure, la température enregistrée est la température donnée par un thermocouple situé à proximité de l'échantillon.

Chaque signal (force et déplacement) est défini par 2000 points et par un nombre de périodes variable selon la fréquence (Tableau III- 6). Au-dessus de 0.5 Hz, le nombre de périodes est multiplié afin de lisser le bruit lié à l'influence de la circulation de l'eau sur la valeur du déphasage.

Fréquence (Hz)	Nombre de périodes
10	20
5	20
1	20
0.5	20
0.1	4
0.05	2
0.01	2
0.005	2

**Tableau III- 6 : Nombre de périodes utilisées pour l'identification des paramètres en fonction de la fréquence**

La DLL permet d'utiliser le programme en Fortran du simplexe depuis Visual Basic. Le déphasage identifié est alors corrigé ; la part du déphasage dû à l'inertie du système est retranchée. A partir de cette valeur de déphasage corrigé et des dimensions de l'échantillon, les propriétés viscoélastiques ( $E'$ ,  $E''$ ,  $\tan\delta$ ) sont calculées.

**Données de sortie :**

Un fichier texte est sauvegardé à la fin de chaque manipulation. Il fait état de la durée des essais, des paramètres d'entrée et de l'ensemble des valeurs calculées pour chaque température et chaque fréquence (coefficients des équations de force et déplacement, déphasages, module de perte et module de stockage).

De plus, pour chaque mesure, il est établi un fichier qui comprend les coordonnées des 2000 points des signaux de force et déplacement, ainsi que tous les paramètres d'entrée (température, fréquence, amplitude et forme du signal source) et tous les paramètres mesurés (température thermocouple, amplitude signal force, amplitude signal déplacement, fréquence). Ce fichier est une sécurité. Il permet d'effectuer de nouveaux calculs lorsque le critère du simplexe a été rejeté.

### Conclusion

Dans ce chapitre, les méthodes de traitement et d'analyse des données récoltées par le WAVE<sup>T</sup> ont été présentées. La vigilance dans ce domaine est reine. Les mesures harmoniques en milieu aqueux présentent, en effet, de nombreuses difficultés et quelques pièges qu'il est bon d'identifier et de déjouer.

Nous avons vu l'importance des phénomènes de résonance au sein des systèmes vibratoires et pris conscience des effets perturbateurs qu'ils peuvent provoquer sur les mesures des propriétés rhéologiques. Le modèle analytique développé montre l'intérêt majeur de développer ce type d'outils en parallèle du dispositif expérimental. Au fur et à mesure de l'évolution et de l'avancement de la réalisation du dispositif expérimental, le modèle a d'abord permis de déceler les points critiques (fréquences de résonance), d'optimiser le dimensionnement de certains éléments (mors de sollicitation, éprouvettes), puis de corriger les mesures expérimentales.

En effet, nous avons constaté que le déphasage entre les signaux de force et de déplacement recueillis au niveau de l'oscilloscope intègre trois contributions, l'amortissement dû à la viscosité de l'échantillon, les perturbations liées à la circulation de l'eau et le déphasage lié à l'inertie du système. Evidemment, seule la première contribution nous intéresse. Ainsi, une fois la valeur du déphasage identifiée, le modèle analytique permet de dissocier la part du déphasage due à l'amortissement de l'échantillon de la part due à l'inertie du système. Le modèle s'intègre donc parfaitement dans la chaîne de traitement des données, où il trouve tout son sens.

Il convient enfin d'insister sur le choix de la méthode de détermination du déphasage qui conditionne en grande partie la justesse des mesures. La méthode choisie, méthode inverse avec minimisation de la fonction objective par l'algorithme du simplexe, apparaît comme une solution fiable et robuste.

Après avoir décrit précisément le fonctionnement de notre appareil de mesure, il est de bon goût de s'intéresser aux mesures effectuées sur le bois. Le chapitre suivant synthétise les principaux résultats recueillis au cours des diverses campagnes de mesures.

**CHAP IV : Analyse mécanique dynamique du bois  
vert dans le plan transverse jusqu'à 95°C**



## **Introduction**

Le bois est un matériau complexe, les chapitres précédents ont décrit les dispositions particulières adoptées au niveau du matériel expérimental pour répondre à ces spécificités.

Le présent chapitre est dédié aux résultats de l'exploitation du dispositif WAVE<sup>T</sup>. Dans un premier temps, quelques mesures comparatives effectuées avec un appareil du commerce permettent d'évaluer le niveau de précision et de performance de cet appareil. La deuxième partie du chapitre est consacrée à la description, l'analyse et la synthèse des données expérimentales récoltées au cours de diverses campagnes de mesures effectuées sur le bois.

L'objectif de ces différentes campagnes de mesures est de collecter un maximum d'informations sur les propriétés viscoélastiques de quelques essences couramment utilisées dans les procédés industriels en Europe, afin de mieux comprendre leur comportement différencié étroitement lié à la température et à la teneur en eau. Les résultats sont discutés en fonction de l'essence du bois, de l'anatomie, de l'organisation du plan ligneux, de la direction matérielle et de la composition biochimique.

Le référentiel des caractéristiques du bois ainsi obtenues, devrait permettre à terme d'alimenter un modèle de comportement rhéologique pour ce matériau relativement complexe. Nous tenterons également à travers ce chapitre d'apporter un éclairage nouveau sur la question de l'équivalence temps-température, souvent discutée pour le bois.

### 1. Vers une validation du dispositif WAVE<sup>T</sup>

Les travaux de Hagen *et al.* (1994) montrent avec quelle prudence il faut utiliser les résultats expérimentaux issus d'appareils commerciaux de type DMA. Ainsi, dans le cadre de ce travail de thèse, il nous est apparu intéressant de comparer les résultats de mesures réalisées à l'aide du dispositif WAVE<sup>T</sup> et d'un appareil du commerce : un DMA.

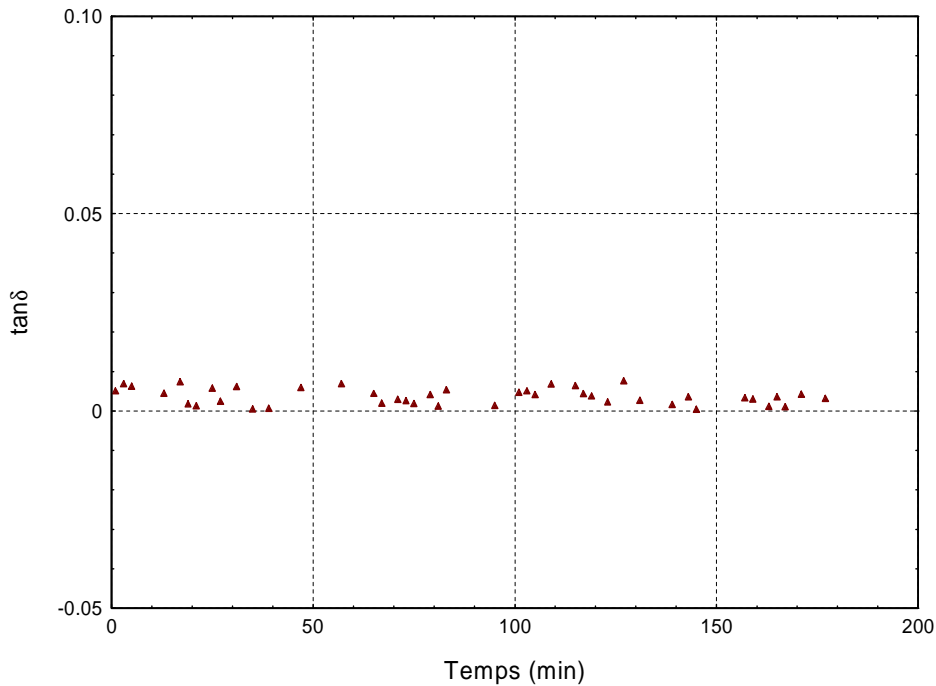
Avant d'aborder cette étude comparative, nous proposons au lecteur quelques mesures réalisées sur des métaux et des polymères homogènes. Les propriétés de ces matériaux sont bien connues, les résultats obtenus avec le WAVE<sup>T</sup> permettront de juger la pertinence et le niveau de précision du dispositif.

#### 1.1 Quelques mesures sur des matériaux connus

Le chapitre bibliographique a illustré la grande variabilité inhérente au matériau bois. Dans un premier temps, nous avons effectué un certain nombre de mesures sur des matériaux homogènes. Il est bon de préciser que même pour ces matériaux homogènes, il existe toujours une variabilité liée aux aléas de fabrication, de stockage, à la nature des matières premières...

##### 1.1.1 Répétabilité et stabilité des mesures

La répétabilité représente l'étroitesse de l'accord entre les résultats de mesures successives d'une même grandeur effectuée avec la même méthode et les mêmes instruments à des intervalles de temps assez courts. Dans cette optique, le facteur de perte d'un échantillon de laiton a été mesuré toutes les minutes, tous les paramètres, autres que le temps, restant constants. La Figure IV- 1 montre que les valeurs du facteur de perte mesurées sont proches de zéro, de l'ordre de  $10^{-3}$ . Pour un matériau purement élastique, le déphasage est théoriquement nul. Seulement, il n'existe pas réellement de matériau purement élastique, tous présentent, à des degrés divers, des propriétés viscoélastiques. Cette valeur de déphasage non nulle renferme donc cette part de viscoélasticité de l'échantillon mais également les erreurs dues à l'imperfection des encastresments.



**Figure IV- 1 : Répétabilité des mesures de  $\tan \delta$  d'un échantillon de laiton réalisées avec le  $WAVE^T$**

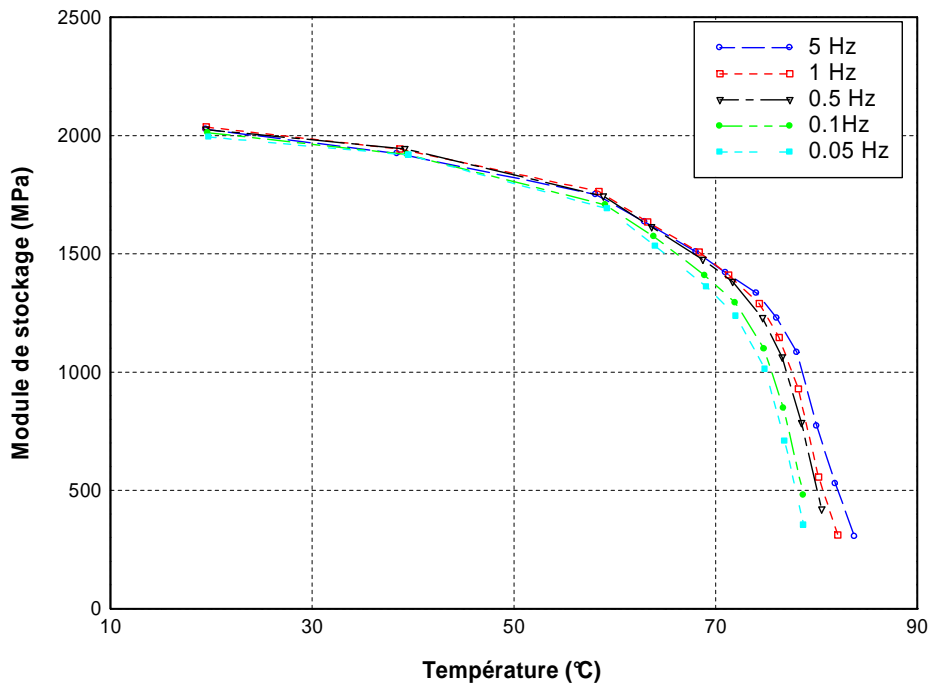
Au cours du temps, les mesures varient peu, l'écart-type est relativement faible ( $2,08 \cdot 10^{-3}$ ). Le niveau de répétabilité est satisfaisant. On peut considérer que les valeurs de déphasage sont valables à  $2 \cdot 10^{-3}$  près.

La stabilité du dispositif  $WAVE^T$  a également été vérifiée en effectuant des mesures sur ce même échantillon de laiton à plusieurs heures d'intervalles. Rappelons que la stabilité qualifie la capacité du système de mesure à conserver ses performances pendant une longue durée. Les résultats sont du même acabit. Au cours des différentes années d'exploitation du dispositif, des mesures ponctuelles sur cet échantillon ont permis de vérifier la stabilité du dispositif.

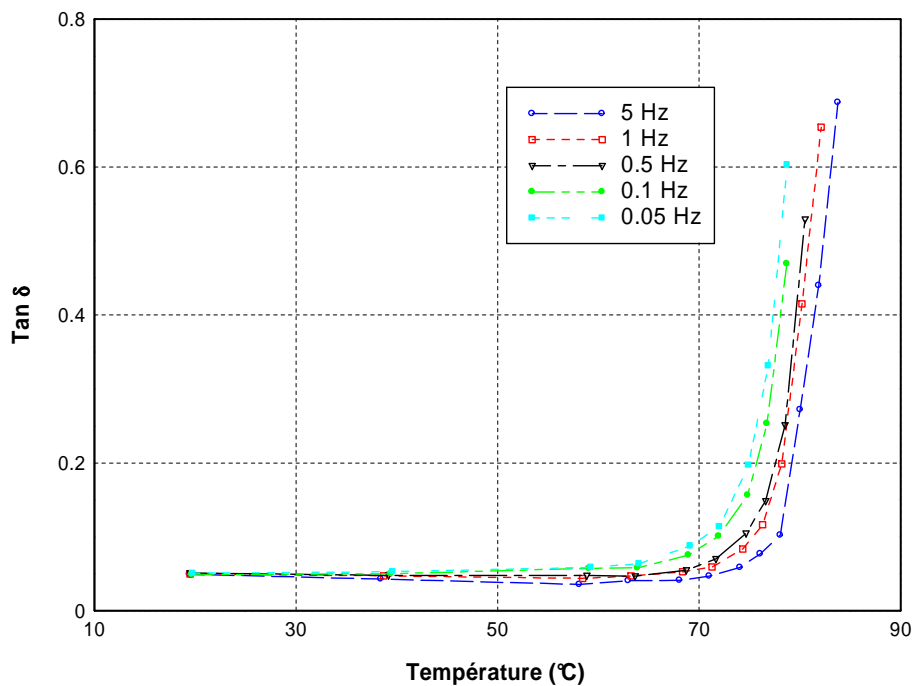
### **1.1.2 « Justesse » des mesures**

Dans les chapitres précédents, nous avons vu que toutes les précautions permettant de limiter les erreurs ont été prises à chaque étape. Il est donc maintenant intéressant d'évaluer le niveau de justesse de l'appareil dans son ensemble. L'erreur commise lors des mesures résulte de toutes les causes pour chacun des résultats de mesure pris isolément. Pour déterminer une erreur de mesure, il faut connaître la valeur « vraie » (par définition théorique), que l'on cherche à mesurer. Nous proposons ici une détermination des propriétés viscoélastiques sur un polymère synthétique : le Polychlorure de Vinyle (PVC). Un échantillon de PVC a été soumis à un essai multifréquences. Les Figure IV- 2 et Figure IV- 3 présentent les résultats obtenus.





*Figure IV- 2 : Evolution du module de stockage d'un échantillon de PVC en fonction de la température pour diverses fréquences*



*Figure IV- 3 : Evolution du facteur de perte d'un échantillon de PVC en fonction de la température pour diverses fréquences*

La Figure IV- 2 met en évidence une chute brusque du module de stockage à partir de 70°C. A partir de cette valeur, l'influence de la fréquence de sollicitation est perceptible. Le module de stockage, d'environ 2GPa, à température ambiante est légèrement supérieur au module

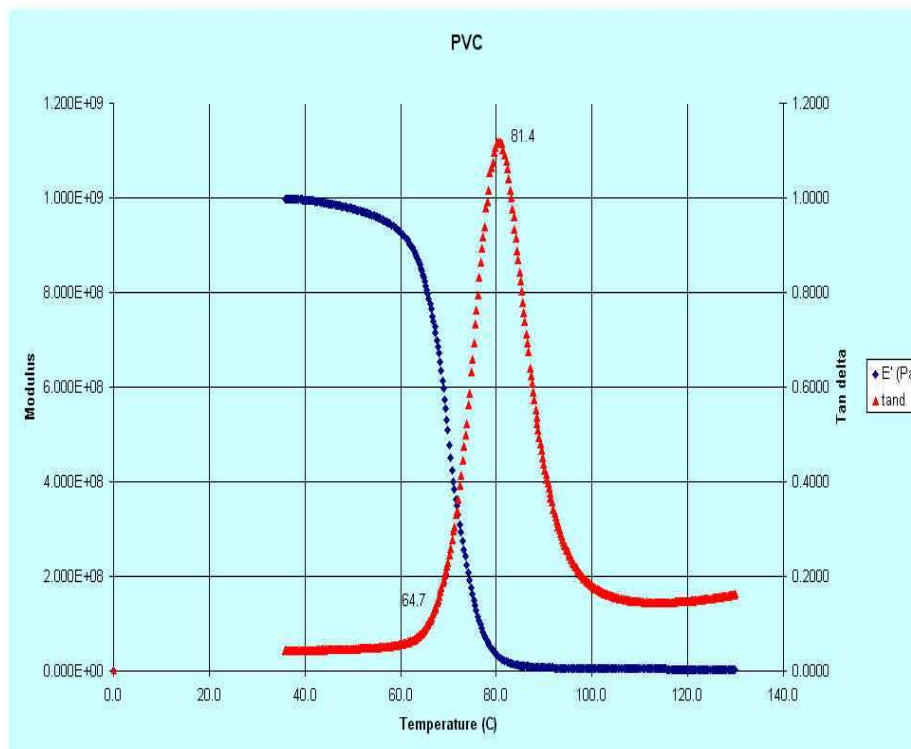
d'Young déterminé par des tests de traction sur une machine d'essais pour un échantillon provenant de la même plaque de PVC (1.7 GPa).

La Figure IV- 3 permet de visualiser l'évolution du coefficient de perte en fonction de la température. Le graphe laisse entrevoir la partie ascendante d'un pic correspondant à la transition vitreuse du polymère considéré. Cette zone se traduit par une forte chute des propriétés de rigidité, comme nous avons pu le voir sur la Figure IV- 2.

Les mesures de force et de déplacement permettant d'accéder aux propriétés viscoélastiques de cet échantillon sont délicates dans la zone de transition vitreuse et au-delà. En effet, l'échantillon devient caoutchoutique, sa rigidité chute, et la faible épaisseur (3 mm) de celui-ci ne lui permet pas de garder sa forme propre à haute température. Pour palier à ce problème, il conviendrait d'augmenter la section de l'échantillon afin d'augmenter sa rigidité. Malheureusement, dans ce cas, l'hypothèse poutre ne serait plus respectée. Malgré tout, on devine la valeur de  $T_g$  aux environs de 80°C, pour une fréquence de 1Hz. Ce pic apparaît pour des températures d'autant plus faibles que la fréquence est basse. Ces résultats expérimentaux sont en parfait accord avec les données bibliographiques du Handbook of Chemistry and Physics (David R. Lide, 1993-1994) qui stipule une température de transition de 81°C.

Par ailleurs, nous pouvons constater une bonne adéquation entre les résultats issus du WAVE<sup>T</sup> et ceux présentés sur la Figure IV- 4, issues des données techniques d'un constructeur de DMA, pour un échantillon de PVC. Les courbes de  $\tan\delta$  sont comparables. Par contre, il existe une différence importante au niveau de la valeur du module avant  $T_g$ . Il semble que l'erreur commise soit plus importante que dans notre cas.

Par ailleurs, il est tout de même important de préciser que dans ce genre d'étude, nous accordons davantage d'importance à la précision de la valeur de  $T_g$  qu'à la justesse des modules de stockage. C'est davantage l'évolution relative des propriétés que la valeur absolue de celles-ci qui nous intéressent.



**Figure IV- 4 : Mesures de l'évolution de  $E'$  et de  $\tan \delta$  en fonction de la température pour un échantillon de PVC à une fréquence de 1Hz, d'après les documentations techniques de Triton Technology (DMA Titec 2000)**

D'après les données des constructeurs de DMA, pour les bons instruments commerciaux, et dans le meilleur des cas, une précision de l'ordre de + ou - 5% peut être atteinte. C'est le cas de tests réalisés en flexion 3 points avec des barres d'acier pour la calibration. Tous les autres modes présentent un niveau d'erreur plus important dû aux mors, aux encastresments imparfaits et la géométrie des échantillons. Ceci pourrait être rectifié en utilisant des mors très massifs et très rigides en comparaison des échantillons. Mais ceci n'est pas envisageable dans les essais harmoniques, à cause des effets de l'inertie. Il apparaît que le niveau d'erreur commis dans les essais de flexion encastrée est intermédiaire entre les essais de tension (le cas le plus favorable) et de compression (le pire des cas). Read & Duncan (1981) précisent que ce niveau d'erreur peut atteindre 20%.

Hagen *et al.* (1993) illustrent ces propos à l'aide d'une étude comparative menée à l'aide de deux appareils DMA du commerce différents. Les mesures des propriétés dynamiques en tension et les valeurs de  $T_g$  déterminées sur du caoutchouc présentent des écarts sensibles. Des différences au niveau de la rigidité des matériaux sont constatées. Elles sont attribuées à des géométries d'échantillons incorrectes conduisant à considérer l'échantillon plus rigide qu'il ne l'est. Cette comparaison met également en évidence des différences de température de transition vitreuse pouvant atteindre 14°C entre les deux appareils. Ces différences sont dues à des erreurs de référence ou d'étalonnage. Face à ces résultats et en comparaison aux appareils commerciaux, nous pouvons affirmer que le  $WAVE^T$  présente un niveau de justesse satisfaisant.

## 1.2 Mesures comparatives DMA / WAVE<sup>T</sup> sur des échantillons de bois

Nous proposons dans ce paragraphe une étude comparative menée sur le matériau bois à l'aide du dispositif WAVE<sup>T</sup> et d'un DMA du commerce. Auparavant, quelques précisions concernant le niveau de contrainte et la géométrie des échantillons sont apportées.

### 1.2.1 Quelques considérations préalables

Notre travail a pour but d'étudier le comportement viscoélastique du bois dans le domaine linéaire. Afin de s'assurer de la linéarité du domaine de sollicitation envisagé, l'évolution du déplacement en fonction de la force appliquée a été mesurée pour un échantillon de bois, à diverses températures (6, 35, 65, 95°C) représentatives de la plage d'expérimentation, à partir d'essais harmoniques à une fréquence de 1 Hz.

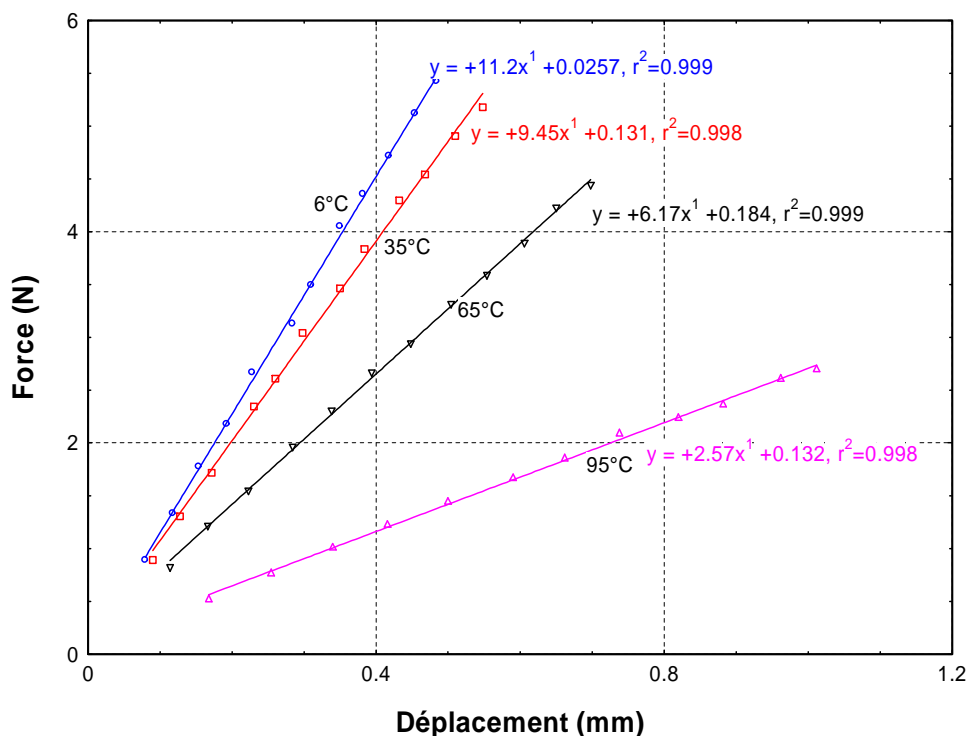


Figure IV- 5 : Vérification de la linéarité du domaine de sollicitation (fréquence de sollicitation : 1 Hz)

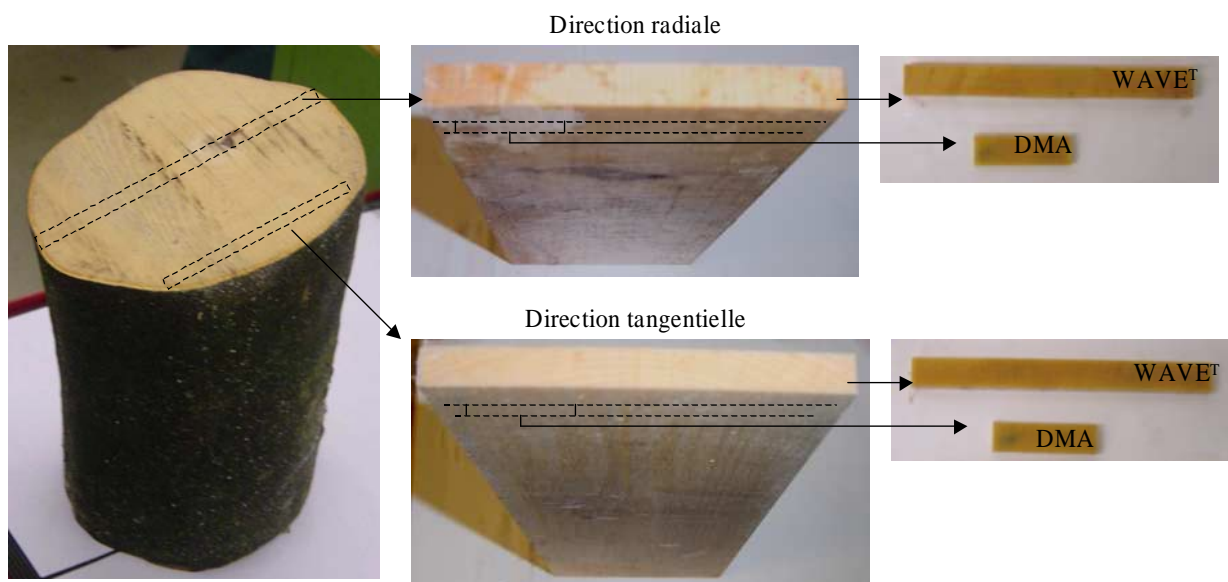
Les résultats (Figure IV- 5) montrent que les mesures faites par l'appareil dans l'intégralité de sa plage de fonctionnement restent dans le domaine viscoélastique linéaire. Néanmoins, nous pouvons remarquer que les droites ne passent plus par l'origine pour les fortes températures. Cette dérive de l'ordonnée à l'origine visualisée avec l'augmentation de la température n'est pas à accorder au matériau mais à attribuer à la dérive de l'offset du capteur de force due à la température (1.5 % de l'EM par 60°C).

D'autre part, des éprouvettes isocontraintes sont parfois utilisées dans ce mode déformation à simple encastrement. En effet, leur forme spécifique, élargie au niveau de l'encastrement, permet de réduire l'écrasement de l'échantillon. Ce type de configuration présente également l'avantage majeur de faire subir la même déformation à toutes les sections de l'échantillon (atout majeur surtout dans le domaine de sollicitation non linéaire). Les mesures de rigidité réalisées sur des éprouvettes parallélépipédiques et isocontraintes pour un même échantillonnage de bois sont du même ordre de grandeur. Les résultats sont synthétisés dans l'**annexe IV**. Pour des raisons de facilité d'usinage, nous avons utilisé des éprouvettes de forme parallélépipédique.

### 1.2.2 Matériel végétal et échantillonnage

Après ces considérations préalables, intéressons-nous à l'objectif principal de cette partie : l'étude comparative  $WAVE^T$ /DMA sur des échantillons de bois.

La variabilité est un caractère très important du matériau bois. L'échantillonnage est donc crucial dans cette étude comparative. En effet, les échantillons testés sur les deux appareils doivent être sensiblement identiques. Ainsi, le Hêtre (*Fagus silvatica*) a été choisi pour sa bonne homogénéité. Il s'agit d'une essence à pores diffus, à grain moyen et fil droit. Les échantillons ont été prélevés sur un même arbre, un Hêtre, d'environ 60 ans provenant de la forêt de Brin en région nancéienne. Deux séries d'échantillons ont été débitées. La première dans la direction radiale, la seconde dans la direction tangentielle. Pour chaque direction, les échantillons sont découpés au sein d'une même génératrice et au niveau des mêmes cernes d'accroissement, nous parlerons d'échantillons jumeaux (Figure IV- 6). La largeur des cernes d'accroissement est relativement régulière



**Figure IV- 6 : Détails de l'échantillonnage**

Les échantillons ont été débités sur l'arbre quelques jours après l'abattage et ont été immédiatement plongés dans l'eau dans un récipient hermétique placé au réfrigérateur, afin de

limiter le risque d'attaque fongique. Les éprouvettes ont alors été testées dans les jours qui suivent pour limiter les effets de la dégradation du matériau. Les dimensions des éprouvettes sont 35x11x4 mm<sup>3</sup> pour le DMA et 100x11x5 mm<sup>3</sup> pour le WAVE<sup>T</sup>.

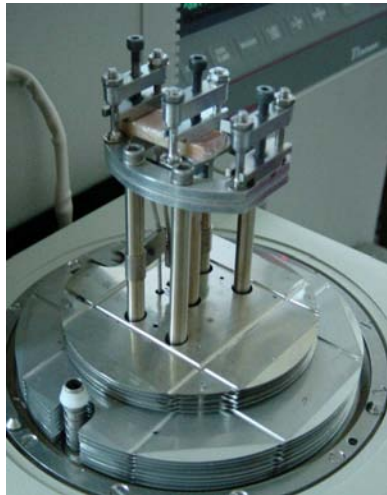
### ***1.2.3 Dispositifs et protocole expérimental***

Un DMA (Analyseur Mécanique Dynamique) 2980 de la marque TA Instruments a été utilisé pour effectuer cette comparaison (Figure IV- 7). Ce type d'appareil a été choisi pour mener cette étude comparative car une grande partie des données expérimentales collectées en analyse mécanique dynamique pour le matériau bois l'ont été grâce à des DMA. Citons quelques travaux majeurs : Salmén 1984 ; Kelley *et al.*, 1987 ; Olsson & Salmén, 1992 ; Obatay *et al.*, 2003. Néanmoins, comme nous l'avons largement argumenté auparavant, ces appareils commerciaux ne sont pas adaptés à certaines spécificités du bois. Par exemple, l'instrument en question ne possède pas de chambre environnementale ; le contrôle de l'humidité est donc impossible.



***Figure IV- 7 : DMA utilisé pour les essais comparatifs***

Pour pallier ce problème, les échantillons ont été enveloppés dans un papier cellophane qui permet de maintenir les échantillons saturés durant l'expérimentation. Cette méthode est relativement efficace, puisque l'on constate que les pertes en eau sont négligeables au cours d'un essai (moins de 3 à 4% de perte en masse, ce qui n'affecte que l'eau libre située dans les lumens des cellules). Afin de se rapprocher au mieux du mode de déformation utilisé pour le WAVE<sup>T</sup>, les échantillons sont testés dans le cas du DMA en flexion double encastrement : une extrémité de l'échantillon est encastree au niveau d'un mors fixe, l'autre est sollicitée par un mors mobile (Figure IV- 8). Les échantillons sont donc testés dans une configuration simple et double encastrement, respectivement pour le WAVE<sup>T</sup> et le DMA.



**Figure IV- 8 : Configuration géométrique des échantillons dans le DMA**

Pour chaque direction matérielle, 5 échantillons sont testés sur chaque appareil. Ils sont soumis à des essais multifréquences (0.01 à 10 Hz) dans une plage de température s'étendant de 5 à 95°C pour le WAVE<sup>T</sup> et de 35°C à 95°C pour le DMA, et à des niveaux de contrainte maximale de l'ordre de 0.2 à 0.6 MPa. Les propriétés viscoélastiques des échantillons ( $E'$ ,  $E''$ ,  $\tan\delta$ ) sont mesurées pour chaque fréquence choisie au niveau de paliers isothermes incrémentés tous les 5°C pour le WAVE<sup>T</sup> et tous les 2°C pour le DMA. Pour le DMA, la vitesse de chauffage entre les paliers de température est de l'ordre de 0.2°C.min<sup>-1</sup>.

### **1.2.4 Résultats et discussion**

Les résultats sont abordés sous deux angles différents. Nous effectuons dans un premier temps une étude de la dispersion des mesures réalisées par chaque appareil pour ensuite les comparer les unes aux autres.

#### **1.2.4.1 Dispersion des mesures**

Le (Tableau IV- 1) synthétise les mesures de module de stockage effectuées sur les différents échantillons à l'aide des deux appareils. Pour chaque échantillon, sont également précisés l'infradensité et le niveau de contrainte maximum appliqué.



	Direction		Echantillons					Moyenne	Ecart-type
<b>WAVE<sup>T</sup></b>	Tangentiel.	Infradensité (kg.m-3)	WT1	WT2	WT3	WT4	WT5	593	2.4
		$\sigma_{max}$ (MPa)	591	596	592	591	x		
		<b>E' (MPa)</b>	<b>380</b>	<b>395</b>	<b>410</b>	<b>400</b>	x		
	Radiale	Infradensité (kg.m-3)	WR1	WR2	WR3	WR4	WR5	585	7.4
		$\sigma_{max}$ (MPa)	584	595	589	583	575		
		<b>E' (MPa)</b>	<b>500</b>	<b>545</b>	<b>650</b>	<b>625</b>	<b>520</b>		
<b>DMA</b>	Tangentiel.	Infradensité (kg.m-3)	DT1	DT2	DT3	DT4	DT5	595	3.8
		$\sigma_{max}$ (MPa)	598	600	595	591	592		
		<b>E' (MPa)</b>	<b>508</b>	<b>536</b>	<b>512</b>	<b>510</b>	<b>530</b>		
	Radiale	Infradensité (kg.m-3)	DR1	DR2	DR3	DR4	DR5	587	4.8
		$\sigma_{max}$ (MPa)	595	588	586	584	583		
		<b>E' (MPa)</b>	<b>832</b>	<b>742</b>	<b>861</b>	x	x		

Tableau IV- 1 : Modules de stockage des différents échantillons de Hêtre en fonction de la direction matérielle et de l'appareil de mesure. fréquence : 0.1Hz, température : 40°C.

Les valeurs obtenues, en direction tangentielle, pour les différents échantillons testés par le WAVE<sup>T</sup> (échantillons WT<sub>i</sub>, i=1,...,4) et par le DMA (échantillons DT<sub>i</sub>, i=1,...,5) sont peu dispersées. Les variations du module de stockage entre les différents échantillons ne dépassent pas 3% (écart à la moyenne). De même, comme le montrent les Figure IV- 9 et Figure IV- 10, l'allure des courbes du module de stockage en fonction de la température est relativement proche. La dispersion est un peu plus faible dans le cas du DMA.

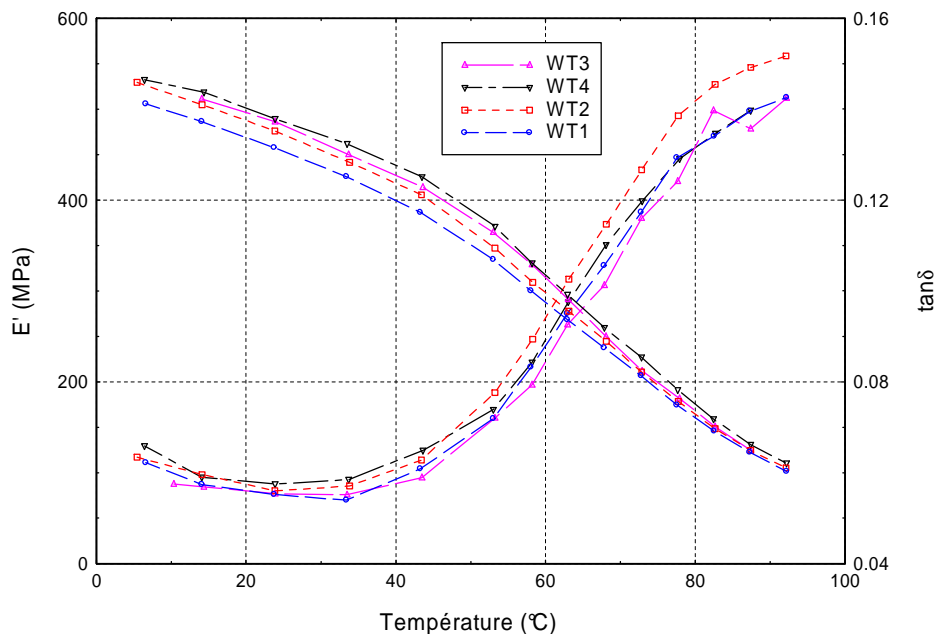
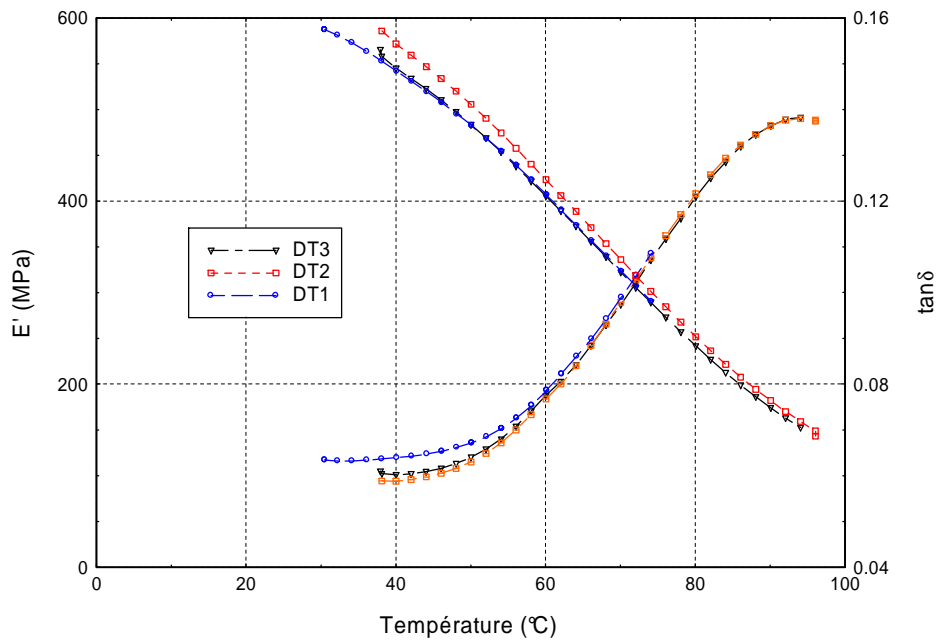


Figure IV- 9 : Evolution du module de stockage et du facteur de perte déterminés par le WAVE<sup>T</sup> en fonction de la température, échantillons Hêtre, direction tangentielle, 1Hz





**Figure IV- 10 : Evolution du module de stockage et du facteur de perte déterminés par le DMA en fonction de la température, échantillons Hêtre, direction tangentielle, fréquence : 1 Hz**

Par contre, en direction radiale, la dispersion est largement plus importante. En effet, comme le montre les résultats, les écarts entre deux échantillons peuvent atteindre plus de 20%, et ce quel que soit l'appareil de mesure utilisé. Ces écarts ne sont donc pas à attribuer au fonctionnement des appareils, mais au matériau lui-même.

D'une manière générale, en direction radiale, la variation du module d'Young est non négligeable, en se déplaçant du cœur vers l'écorce. Il est bien connu que la structure et la composition du bois juvénile sont différentes de celles du bois adulte. On considère généralement que le bois juvénile constitue les 10 premiers cernes d'accroissement. Ainsi, on comprend aisément qu'en prélevant des échantillons sur une même génératrice mais au niveau de cernes d'accroissement différents, nous pouvons mesurer des variations sensibles au niveau des modules d'élasticité. Dans notre cas, et comme nous l'avons précisé dans la description de l'échantillonnage, nous avons pris soin de nous placer au niveau des mêmes cernes d'accroissement. Cette hypothèse ne peut donc pas expliquer les variations importantes mesurées.

En outre, le Hêtre est caractérisé par des rayons ligneux épais, de 1 à 5 mm d'épaisseur. Dans la direction radiale, ceux-ci peuvent être considérés comme des éléments qui rigidifient le bois. Ils pourraient être comparés à des fibres qui renforcent la matrice d'un composite. Ainsi, le nombre, la taille et la position des rayons ligneux par rapport à la ligne neutre d'un échantillon peuvent influencer largement sur la valeur du module d'Young (Figure IV- 11). On comprend aisément qu'en se plaçant au niveau des mêmes cernes sur une même génératrice, le nombre et la taille des rayons ligneux peuvent varier d'un échantillon à l'autre, et ainsi expliquer des variations du module de stockage.

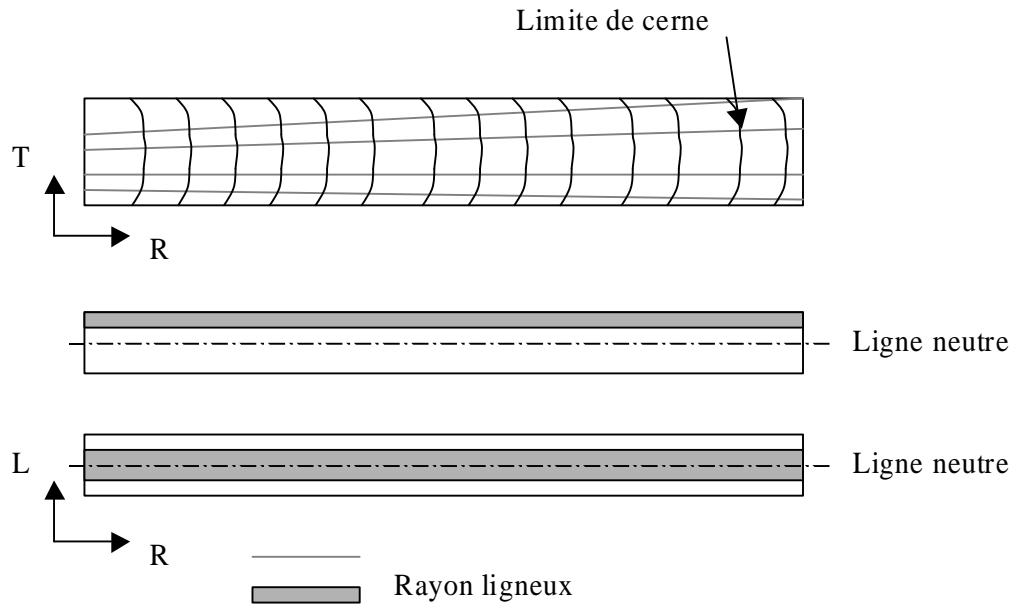


Figure IV- 11 : Représentation schématique des rayons ligneux dans les plans RT et LR

Une analyse des échantillons au microscope électronique à balayage a mis en évidence un élément important, pouvant également expliquer en partie ces variations de module non négligeables d'un échantillon à l'autre. Sur les éprouvettes de la direction radiale, nous avons remarqué à l'œil nu, la présence de points foncés plus ou moins abondants. Une analyse microscopique a révélé que ces points provenaient de l'obstruction des vaisseaux par une membrane, dans une zone du plan ligneux plus ou moins grande (Figure IV- 12).

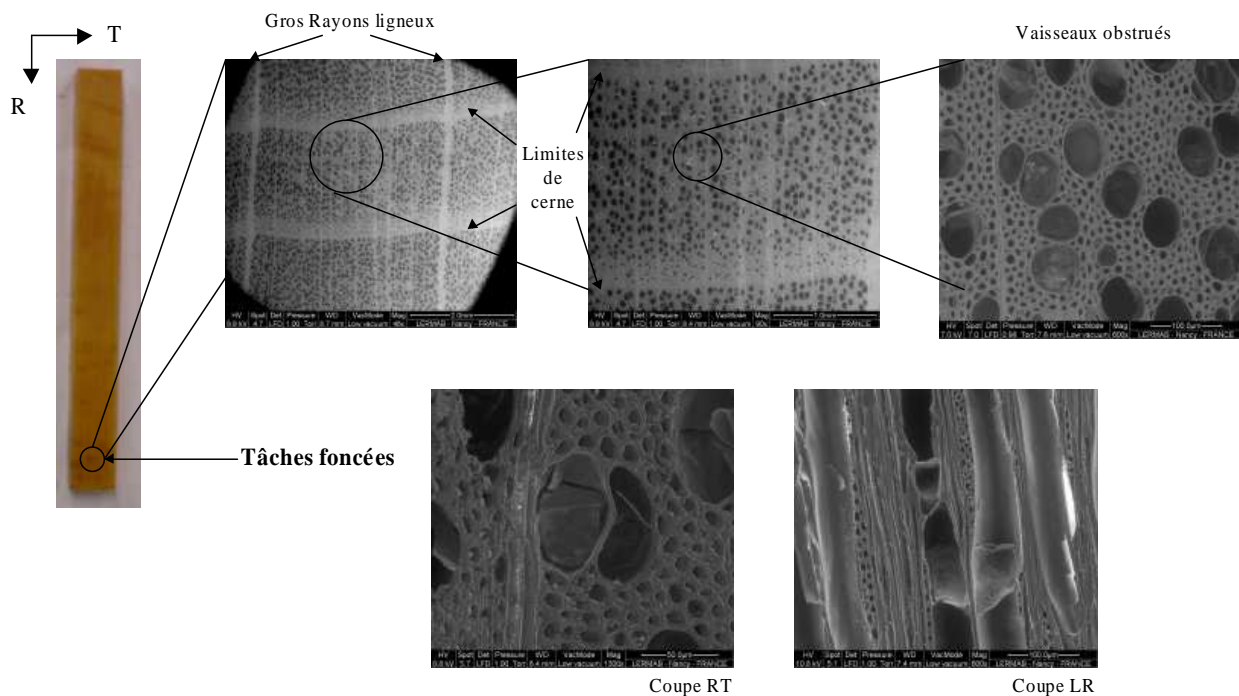


Figure IV- 12 : Vues microscopiques des vaisseaux obstrués. (ESEM, LERMAB clichés F.Huber)

Ce phénomène d'obstruction des vaisseaux pourrait résulter d'une réaction de l'arbre à des piqûres d'insectes. Ce phénomène tend à rigidifier les échantillons dans le plan transverse. Le nombre et la surface de ces zones étant aléatoires d'un échantillon à l'autre, le niveau de renforcement des propriétés mécaniques est donc variable.

Les images réalisées à l'ESEM montrent bien qu'il ne s'agit pas de thylles ni de perforations scalariformes (Figure IV- 12). Rappelons que les thylles sont des expansions membranaires qui bouchent les vaisseaux, généralement au moment de la duraminisation. La formation se fait lors d'une chute de pression à l'intérieur des vaisseaux, qui provoque l'aspiration du parenchyme voisin.

Il est important de préciser que ces tâches n'étaient pas présentes sur les échantillons de la direction tangentielle (examen visuel appuyé d'images microscopiques).

Pour conclure cette partie qui traite de la dispersion des mesures, nous pouvons dire que pour du bois « normal » (sans défaut majeur, ni singularités), les propriétés des échantillons jumeaux sont semblables. Evidemment, il convient de tenir compte des spécificités du plan ligneux de l'essence considérée (exemple : présence de rayons ligneux...).

Nous constatons que la dispersion des valeurs est légèrement plus importante pour le WAVE<sup>T</sup> que pour le DMA. Ceci est en partie attribué aux aléas du montage de l'échantillon (contraintes d'encastrement).

### 1.2.4.2 Comparaison WAVE<sup>T</sup> / DMA

Intéressons-nous désormais aux différences enregistrées entre les deux appareils. La Figure IV- 13 qui reprend les valeurs moyennes et les écarts-types synthétisés dans le Tableau IV- 1 illustre la tendance du DMA à trouver les échantillons plus rigides que le WAVE<sup>T</sup> (1.3 fois plus rigide en direction tangentielle, 1.4 en direction radiale).

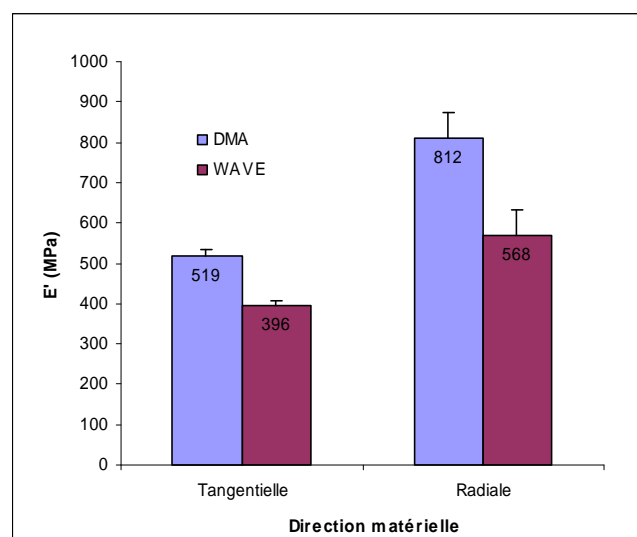
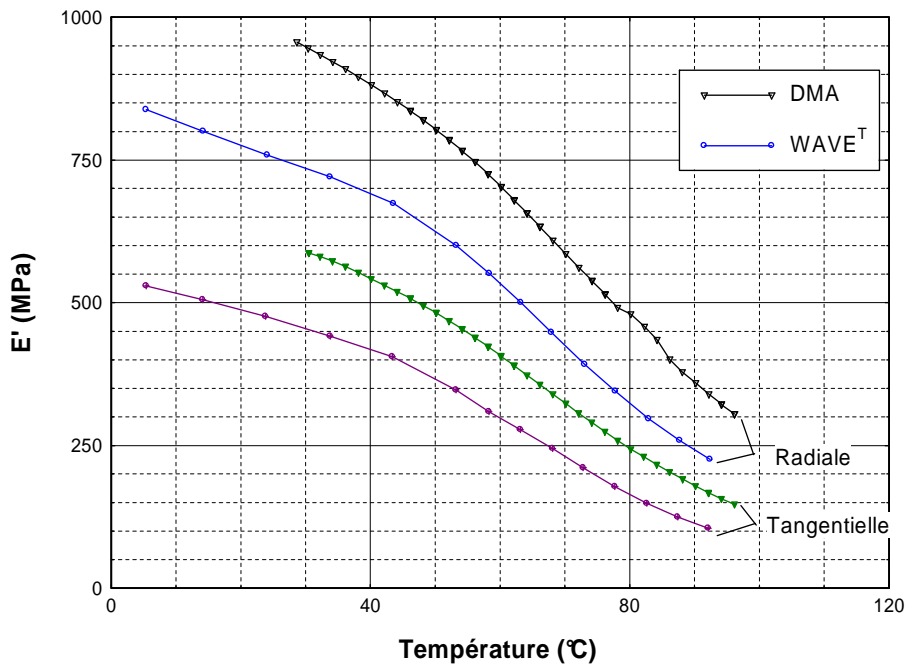


Figure IV- 13 : Module de stockage (0.1 Hz, 40°C)

La Figure IV- 14 montre que cette tendance est valable quelle que soit la direction matérielle et la température. La différence trouvée pour ces échantillons sur l'ensemble de la plage de température est en moyenne de 20 à 30%.



**Figure IV- 14 : Evolution des modules de stockage en fonction de la température et de la direction matérielle pour les deux appareils (fréquence : 1Hz)**

Cet écart est représentatif des données obtenues au cours de la campagne pour l'ensemble des échantillons, et pour l'ensemble des fréquences testées. Il est bon de remarquer que, malgré la différence enregistrée entre les deux appareils, les coefficients d'anisotropie sont relativement proche : 1.54 pour le DMA et 1.43 pour le WAVE<sup>T</sup>.

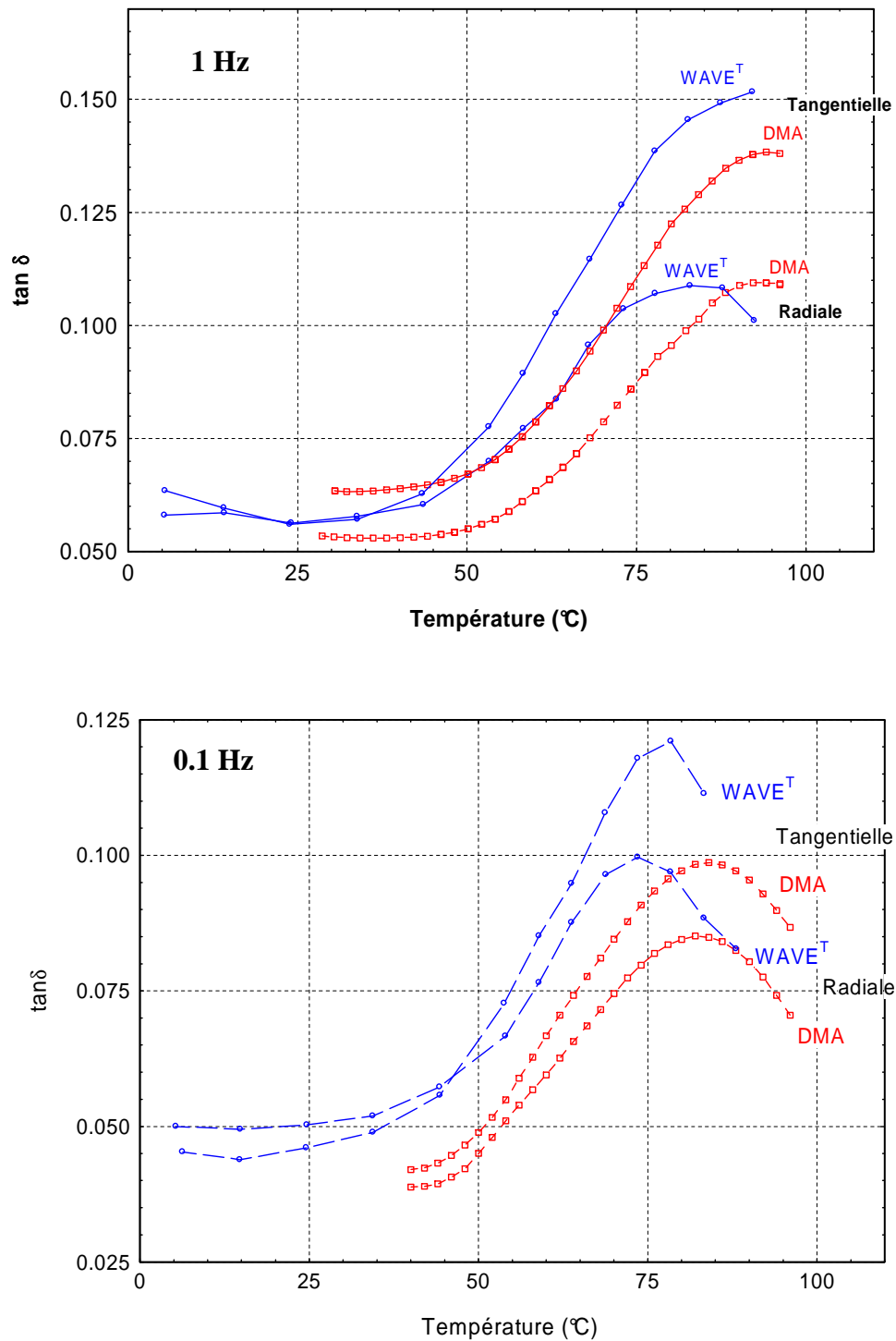
Cette tendance du DMA à trouver les échantillons plus rigides peut s'expliquer par deux facteurs :

- le mode de déformation à double encastrement proposé par le DMA. Un des encastrements est fixe, l'autre est mobile mais n'autorise pas la rotation de l'échantillon.
- la géométrie des échantillons préconisée par le DMA ne respecte pas les hypothèses de la Rdm (hypothèses « poutre », de Barré de Saint-Venant...).

Les calculs de rigidité intègrent ces imprécisions liées au mode de déformation, aux mors et à la géométrie des éprouvettes grâce à des facteurs de corrections. Or ces facteurs sont déterminés par éléments finis pour des matériaux isotropes, donc inadaptés au matériau bois.

La Figure IV- 15 présente l'évolution du facteur de perte en fonction de la température, de la direction matérielle et de l'appareil de mesure pour deux fréquences : 1 Hz et 0.1 Hz. Rappelons que pour un polymère, la température pour laquelle un maximum d'énergie est dissipée correspond à la température de transition vitreuse. C'est au niveau de cette température que les mouvements principaux des chaînes de polymères sont effectifs. Pour le bois massif saturé en eau, la transition principale est celle des lignines.

D'après les données bibliographiques, le ramollissement de la cellulose amorphe et des hémicelluloses se déroule en dessous de la température ambiante, celui de la lignine sur une plage de température comprise entre 50 et 100°C. Le ramollissement du bois localisé entre 75 et 85°C sur les courbes de la Figure IV- 15 correspond donc à la relaxation des lignines.



*Figure IV- 15 : Evolution du facteur de perte en fonction de la température et de la direction matérielle et de la fréquence*

Pour les deux appareils et indépendamment de la fréquence, le facteur de perte atteint une valeur plus importante en tangentielle qu'en radiale. Par contre, le DMA trouve une température de ramollissement quasi-identique en radiale et tangentielle alors que le WAVE<sup>T</sup> montre une différence assez sensible. La température de ramollissement en radiale à une fréquence de sollicitation de 1 Hz (83°C) est un peu plus faible qu'en tangentielle (au-delà de 85°C). Dans la bibliographie, le peu de travaux qui différencie les deux directions du plan transverse (Backman & Lindberg, 2001) confirment ces tendances et sont, par conséquent, en faveur du WAVE<sup>T</sup>. La Figure IV- 15 montre que les remarques établies pour une fréquence de sollicitation de 1 Hz sont valables pour 0.1 Hz. Il existe une différence relativement importante au niveau de la détermination de la température de ramollissement entre les deux appareils. En tangentielle une différence de 4°C est enregistrée entre le WAVE<sup>T</sup> (80°C) et le DMA (84°C). En radiale, cette écart atteint 8°C (76°C pour le WAVE<sup>T</sup> contre 84°C pour le DMA ).

Hagen *et al.* (1994) ont mis en évidence auparavant des problèmes de calibration de température dans les appareils du commerce de type de DMA, faisant remarquer la nécessité de standardiser les procédures de calibration de température. Dans notre cas, il semble plus pertinent d'accorder davantage de crédibilité aux mesures effectuées par le WAVE<sup>T</sup>. En effet, la température de l'échantillon est déterminée dans l'eau à quelques millimètres de l'échantillon à l'aide d'un thermocouple correctement étalonné. Rappelons que dans le DMA, l'échantillon est enveloppé dans un cellophane et que l'on mesure la température de l'air autour de l'échantillon.

Remarquons également sur les deux graphiques précédents que les courbes du WAVE<sup>T</sup> obtenues pour la direction radiale et pour la direction tangentielle se croisent à l'abord du pic de ramollissement. Les courbes obtenues avec le DMA sont elles étagées.

Quelques comparaisons ont également été réalisées sur d'autres essences. Le même type de résultats et tendances sont visualisés. La Figure IV- 16 propose les résultats obtenus pour des échantillons de Chêne.

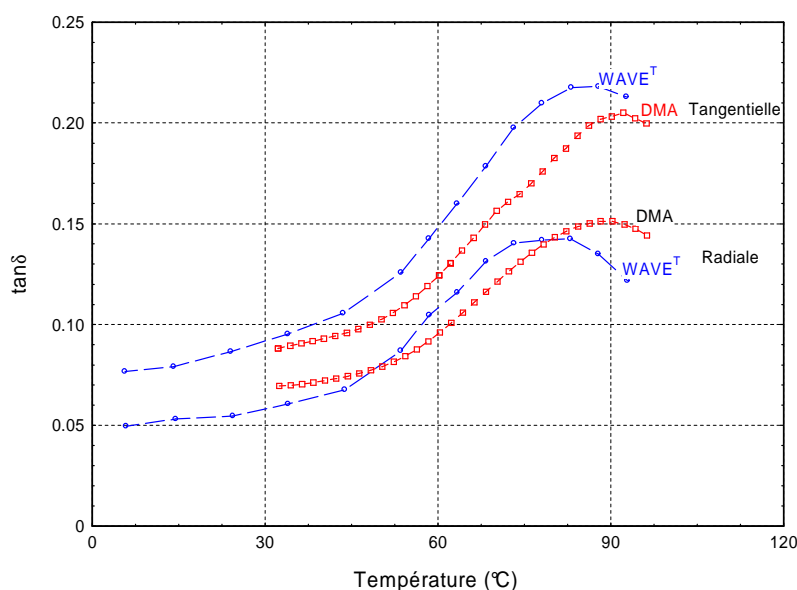


Figure IV- 16 : Evolution du facteur de perte en fonction de la température et de la direction matérielle pour des échantillons de Chêne (fréquence 1 Hz)

Une différence de  $T_g$  de l'ordre de  $3^\circ\text{C}$  est enregistrée en tangentielle entre les deux dispositifs : WAVE<sup>T</sup> ( $86^\circ\text{C}$ ) et DMA ( $89^\circ\text{C}$ ). Cette différence atteint quasiment  $10^\circ\text{C}$  en radiale : WAVE<sup>T</sup> ( $79^\circ\text{C}$ ) et DMA ( $89^\circ\text{C}$ ). Pour le module de stockage, les écarts sont du même ordre que pour le Hêtre. Le DMA a tendance à trouver des échantillons plus rigides que le WAVE<sup>T</sup>.

Cette étude comparative a permis de mettre en évidence un certain nombre de différences entre les mesures réalisées avec les deux appareils. Les hypothèses émises pour expliquer ces différences sont en partie confirmées par la littérature. Elles semblent en faveur du WAVE<sup>T</sup> ou du moins tendent à accorder davantage de crédibilité aux mesures effectuées par celui-ci.

### ***Bilan de la comparaison WAVE<sup>T</sup>/DMA :***

- La dispersion des mesures est légèrement supérieure dans le cas du WAVE<sup>T</sup>.
- Le DMA mesure des propriétés de rigidité plus fortes que celles déterminées par le WAVE<sup>T</sup> pour des échantillons jumeaux, dans un rapport de l'ordre de 30%.
- Les températures de ramollissement déterminées à l'aide du DMA sont supérieures de quelques degrés à celles collectées avec le WAVE<sup>T</sup>.
- Le WAVE<sup>T</sup> met en évidence une différence de température de ramollissement en fonction de la direction matérielle. Le ramollissement du bois de la direction radiale apparaît pour des températures plus faibles que pour celui de la direction tangentielle. Cette différence n'est pas visible au niveau des mesures réalisées par le DMA.

Dans la suite de ce mémoire, pour des raisons de simplicité d'écriture, nous noterons la température de ramollissement du bois  $T_g$ . Cette notation est habituellement réservée à la température de transition vitreuse d'un polymère homogène. Pour le bois la température de ramollissement correspond non pas à la réponse d'un polymère mais à celle d'un ensemble de polymères constitutifs.

## **2. Mesures des propriétés viscoélastiques du bois en fonction de l'anatomie et de la biochimie**

Nous connaissons désormais le niveau de performance de l'appareil expérimental, ses points forts et ses faiblesses. Il est donc possible d'aborder l'ensemble des mesures réalisées au cours des campagnes d'essais avec suffisamment de recul par rapport au matériel expérimental.

Le paragraphe à venir propose une caractérisation des propriétés viscoélastiques de quelques essences de bois abondantes dans les forêts françaises, et dont les propriétés viscoélastiques peuvent être mises en œuvre dans leurs procédés de transformation (séchage, déroulage, cintrage, thermoformage...). L'investigation est menée à l'aide du dispositif WAVE<sup>T</sup> en accordant une attention toute particulière à l'influence de l'essence, de la direction matérielle, de l'organisation du plan ligneux et de la composition biochimique sur les propriétés viscoélastiques du bois mesurées.

### **2.1. Etude de quelques essences courantes de feuillus**

Dans un premier temps, nous proposons une présentation des résultats récoltés pour deux essences de feuillus très répandues dans les forêts de nos contrées : le Chêne et le Hêtre.

#### ***2.1.1. Matériels et méthodes***

##### ***2.1.1.1. Protocole expérimental***

Les mesures sont réalisées au niveau de paliers isothermes pour une fréquence de sollicitation donnée. Le premier plateau de température se situe au niveau des basses températures (5°C), les plateaux se succèdent ensuite vers les hautes températures (95°C) avec un intervalle plus ou moins important, en général 5 à 10°C.

Le protocole le plus complet consiste en un balayage multifréquence ; à chaque palier de température désiré (compris dans la plage de température), les propriétés viscoélastiques de l'échantillon ( $E'$ ,  $E''$ ,  $\tan\delta$ ) sont mesurées pour les fréquences choisies (Figure IV- 17).



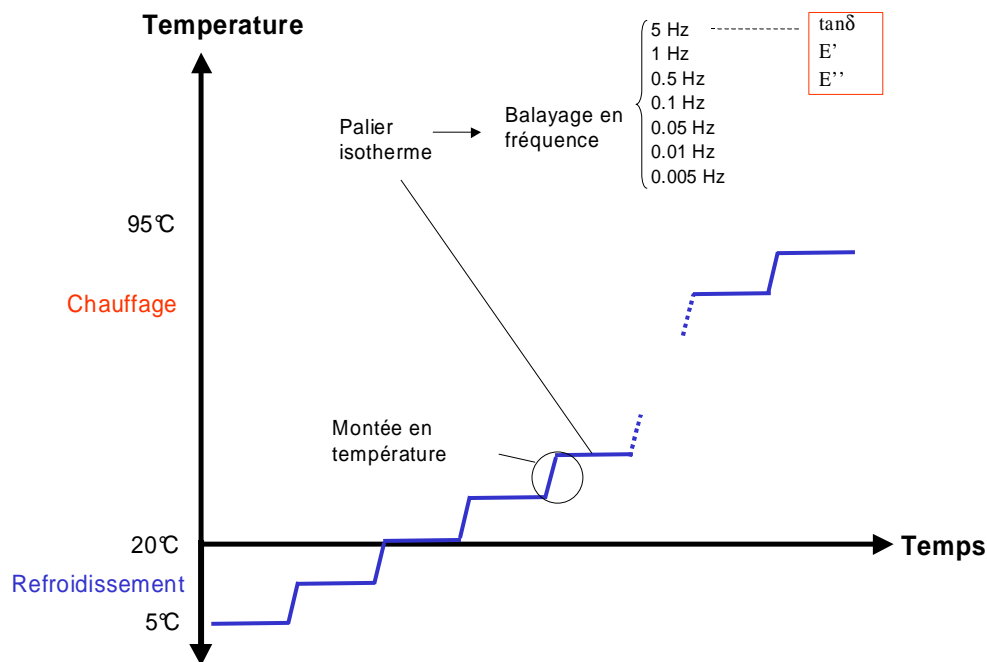


Figure IV- 17 : Description d'un protocole expérimental type

### 2.1.1.2.Méthode de détermination de la température de ramollissement du bois

Il existe plusieurs variantes pour déterminer la température de transition vitreuse à partir des propriétés viscoélastiques. Celle-ci peut être déterminée à partir :

- de la valeur du pic du facteur de perte,
- de la valeur du pic du module de perte,
- du début de la chute du module de stockage,
- du maximum de la dérivée première du module de stockage, par rapport au temps

$$\left( \frac{\partial E'}{\partial T} \right)_{\max}$$

Selon la méthode utilisée pour déterminer Tg, des variations plus ou moins importantes peuvent être enregistrées (Hagen *et al.*, 1994). Ces différences sont dues à la largeur de la plage de transition du bois, et semblent refléter différents aspects d'un même mécanisme. En effet, comme le souligne Hagen *et al.*, la température de transition vitreuse est communément définie comme la température de commencement des mouvements de reptation moléculaires dans les polymères amorphes. Or, le facteur de perte est seulement défini comme le rapport entre l'énergie dissipée et l'énergie stockée durant la transition. Il n'est donc pas directement lié à l'amorce des mouvements moléculaires. Ceci signifie que les valeurs de Tg déterminées à partir de l'évolution du facteur de perte ou des modules ne sont pas réellement comparables au sens des mécanismes physiques. D'après Backman & Lindberg (2001), le pic du facteur de perte mesuré par un DMA à 1 Hz peut être 15-20°C supérieur que la réelle transition vitreuse. Néanmoins, dans notre cas et comme de nombreux auteurs le font, nous avons choisi de déterminer la température de ramollissement du bois à partir du sommet du pic du facteur de

perte. En effet, le pic de  $\tan\delta$  est bien marqué au niveau de la zone de ramollissement et la détermination de  $T_g$  est alors aisée.

La Figure IV- 18 décrit la méthode utilisée pour déterminer la température de ramollissement ; elle est inspirée de la méthode de détermination des propriétés acoustiques d'un matériau à partir du pic de résonance. La valeur maximale du coefficient de perte est multipliée par un coefficient (0,85) ;  $T_g$  est obtenue en effectuant la moyenne des températures correspondant aux valeurs de facteur de perte à  $0,85 \cdot (\tan\delta)_{\max}$ .

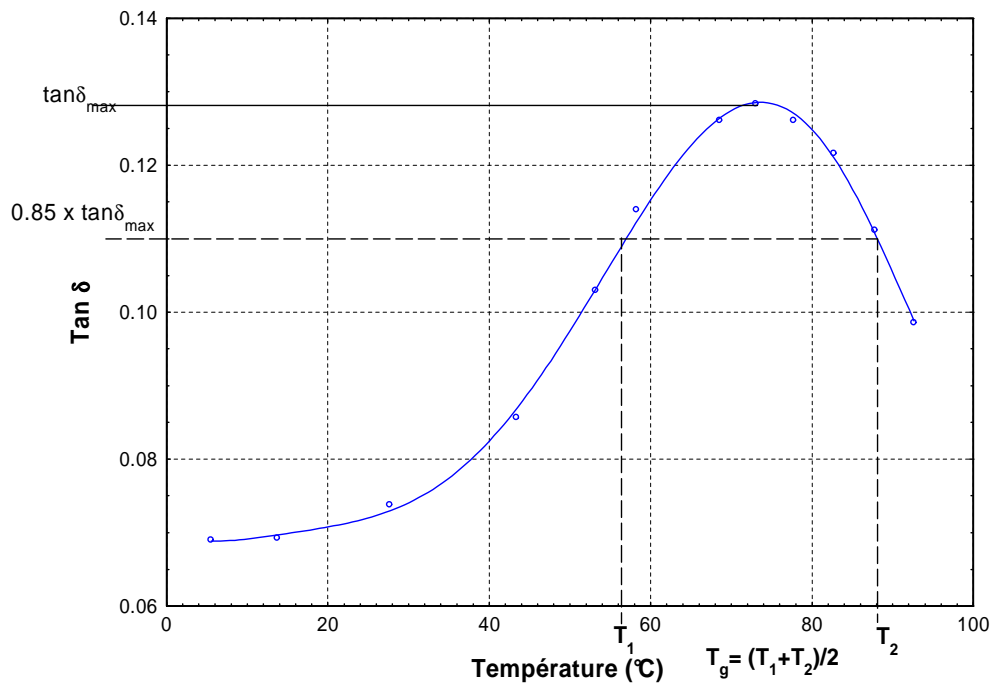


Figure IV- 18 : Détermination de la température de ramollissement à partir du pic de  $\tan\delta$

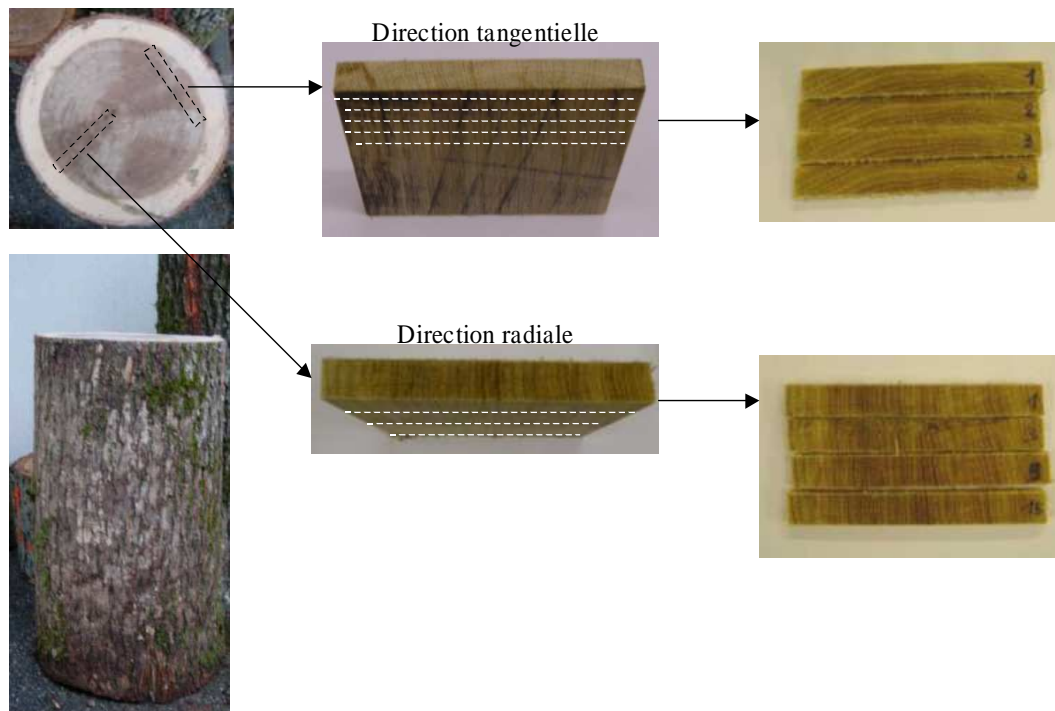
### 2.1.1.3. Matériel végétal et échantillonnage

Nous avons précédemment insisté sur la nécessité de soigner l'échantillonnage dans le cas d'un matériau complexe comme le bois. Les deux paragraphes suivants dressent un descriptif succinct des caractéristiques des deux essences choisies pour cette campagne de mesures.

Le **chêne rouvre** ou chêne sessile (*Quercus sessiliflora*) est un feuillu qui appartient à la famille des Fagacées. C'est une espèce très commune en Europe, on la retrouve dans la majorité des plaines françaises. Dans le nord-est de la France, le Chêne est le plus souvent mélangé au Hêtre. C'est un bois à aubier différencié de couleur blanc jaunâtre. Le cœur est brun, parfois un peu rosé. Il s'agit d'un bois à zone initiale poreuse. Le bois de printemps est composé de plusieurs rangées de gros vaisseaux non obstrués par des thyllés ; le bois d'été, abondant et compact, présente des petits vaisseaux en alignement radiaux. Les rayons ligneux, les uns très fins (unisériés), les autres très larges (plus de 10 cellules) sont bien visibles.

Très utilisé autrefois pour les charpentes, il est aujourd'hui plutôt réservé à des produits de seconde transformation : du merrain au parquet en passant par le mobilier, les escaliers, les placages...

L'échantillonnage a été réalisé sur un arbre prélevé en forêt de Brin (région nancéienne). Il s'agit d'un arbre quasi-centenaire. Le cœur est bien centré, il ne présente pas ou peu de bois de tension, les cernes d'accroissement sont réguliers. Le billon d'environ 1 m de haut a été prélevé à 0.8m du sol afin d'éviter de débiter des échantillons dans l'empatement de l'arbre. Deux séries d'échantillons sont prélevées. La première dans la direction radiale, la seconde dans la direction tangentielle. Pour chaque direction, les échantillons sont découpés au sein d'une même génératrice et au niveau des mêmes cernes d'accroissement (Figure IV- 19). On obtient ainsi une série d'échantillons « jumeaux ».



**Figure IV- 19 : Schéma descriptif de l'échantillonnage du bois de Chêne**

La seconde essence de feuillu choisie cette étude est le **Hêtre**. Le Hêtre (*Fagus sylvatica*) appartient également à la famille des Fagacées. C'est un feuillu homogène, à aubier généralement non différencié, d'une teinte mate allant du blanc grisâtre au rosé clair. On note parfois la présence d'un faux duramen fortement coloré en rouge au contour irrégulier. Les vaisseaux diffus sont invisibles à l'œil nu, ils sont plus gros et plus nombreux au début de l'accroissement. Le grain est moyen et le fil droit. La taille des rayons ligneux est très inégale. Ils sont en majorité très fins, unisériés, et seulement visibles à la loupe en section transversale. D'autres sont assez épais (1mm) et haut de 1 à 5mm, donnant en section radiale une maillure brillante. Les limites de cerne sont en arc de cercle, ils semblent rebondir sur les rayons ligneux les plus gros. Ses principales utilisations sont la menuiserie intérieure (parquet, escalier) et le mobilier.

Un échantillonnage similaire à celui du Chêne décrit ci-dessus a été réalisé pour le bois de Hêtre.

Dans l'étude comparative WAVE<sup>T</sup>/ DMA présentée dans le paragraphe précédent, nous avons pu constater que les propriétés d'un échantillon reflètent assez justement les propriétés de l'ensemble des échantillons provenant d'une même génératrice au niveau des mêmes cernes d'accroissement. Nous avons également remarqué, que des singularités du bois peuvent facilement contredire cette affirmation. Par conséquent, dans la plupart des résultats, nous présenterons les résultats obtenus pour un échantillon, sachant que des mesures ont été effectuées sur plusieurs échantillons jumeaux et que nous nous sommes assurés de la répétabilité de ces mesures.

### ***2.1.2. Présentation et comparaison des résultats***

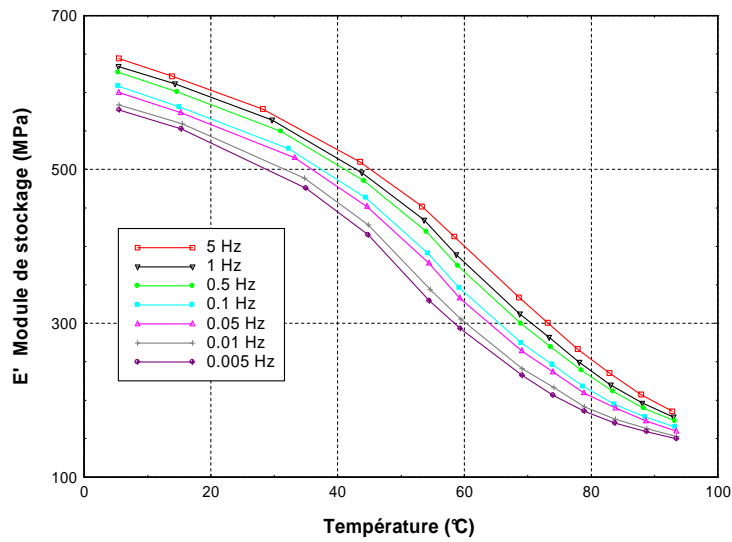
Nous proposons au lecteur de découvrir dans un premier temps, les résultats obtenus pour le Chêne dans les directions radiale et tangentielle, afin de les comparer par la suite aux mesures effectuées sur le Hêtre. L'ensemble de ces résultats alimente une discussion autour de l'équivalence temps-température en fin de paragraphe.

#### ***2.1.2.1. Chêne Rouvre***

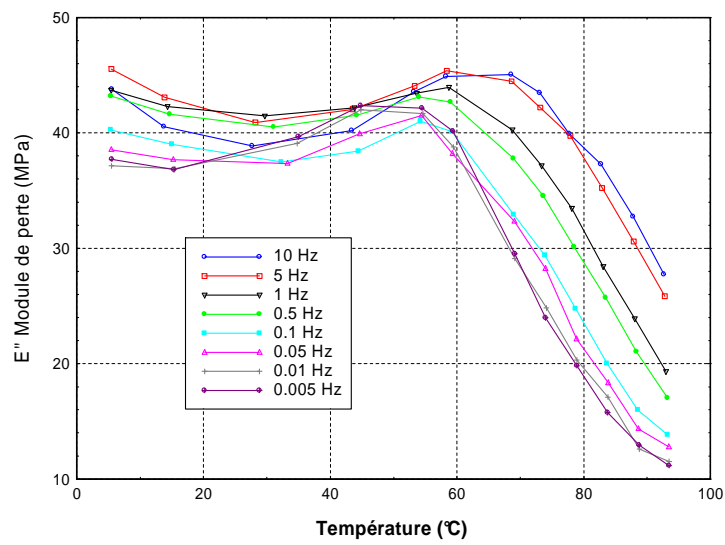
Les Figure IV- 20-a, -b et -c présentent l'évolution des propriétés viscoélastiques ( $E'$ ,  $E''$  et  $\tan\delta$ ) en fonction de la température et de la fréquence pour un échantillon de Chêne prélevé dans la direction radiale.

A fréquence constante, le module de stockage décroît avec la température (Figure IV- 20-a.). Cette évolution est valable quelle que soit la fréquence de sollicitation, et on constate que les courbes d'évolution du module de stockage en fonction de la température sont parfaitement étagées en fonction de la fréquence. Pour une température donnée, le module de stockage augmente avec la fréquence. En d'autres termes, plus le temps d'observation est court, plus le matériau apparaît rigide. Cette tendance est partagée par tous les matériaux viscoélastiques solides et trouve une explication théorique dans les équations de Kamers-Krönig.

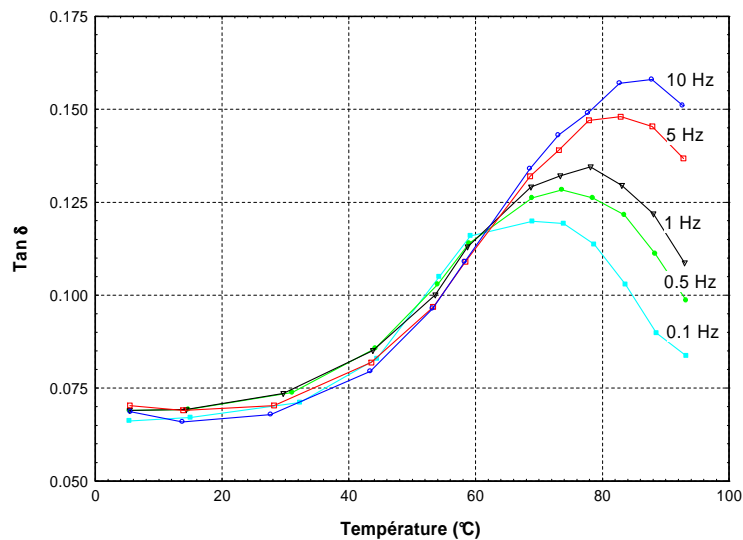
a.



b.



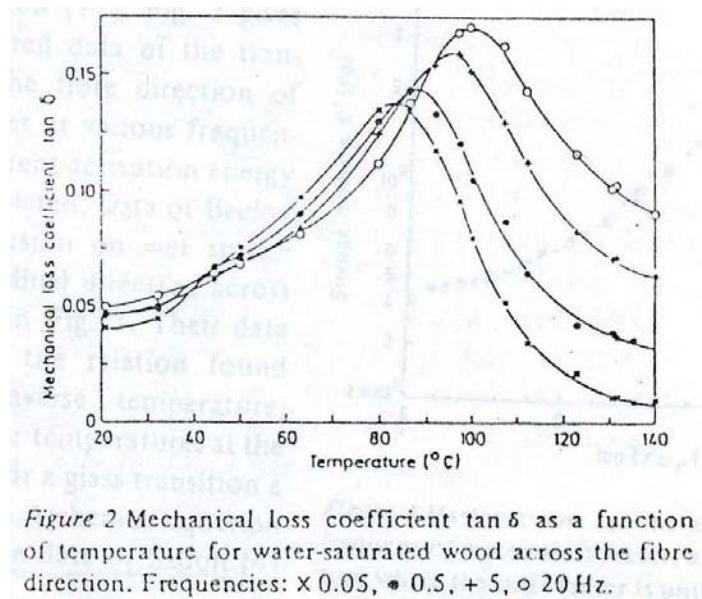
c.



*Figure IV- 20 : Evolution du module de stockage (a), du module de perte (b) et du facteur de perte(c) en fonction de la température et de la fréquence pour un échantillon de Chêne, dans la direction radiale.*

L'étagement des courbes en fonction de la fréquence est également valable pour le module de perte au-delà de la température de ramollissement (Figure IV- 20-b). Celle-ci est marquée par un pic du module de perte suivi d'une forte chute. Aux faibles températures, l'étagement des courbes interromptu au niveau de la partie ascendante du pic est à nouveau valable.

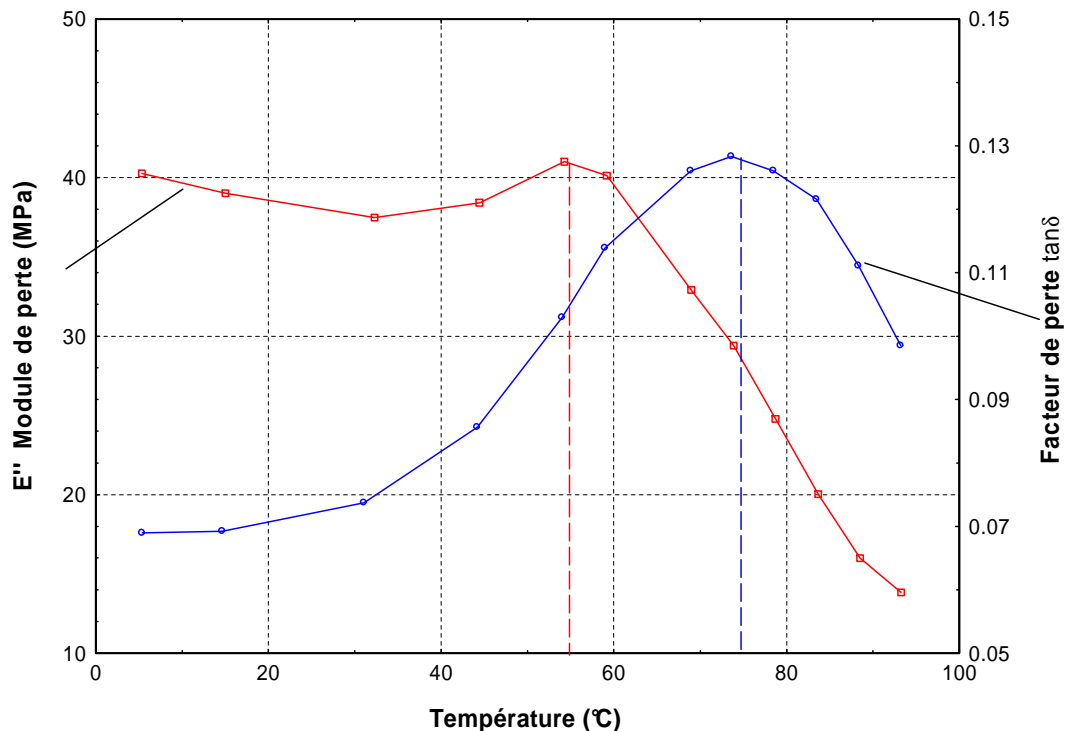
L'évolution du facteur de perte en fonction de la température, représentatif du frottement interne, permet de localiser aisément la température de ramollissement du bois (Figure IV- 20-c). On constate que la valeur du facteur de perte, au niveau de la zone de ramollissement, est d'autant plus importante que la fréquence est élevée. De même, le pic de  $\tan\delta$  apparaît à des températures d'autant plus élevées que la fréquence est élevée. Ces résultats sont en accord avec les données collectées par Salmén 1984 (Figure IV- 21).



**Figure IV- 21 : Evolution du facteur de perte pour un échantillon d'épicéa (*Picea abies*) saturé en eau sollicité dans le plan transverse à différentes fréquences (d'après Salmén 1984)**

L'évolution de ces trois grandeurs (chute du module de stockage, pic de module de perte et pic du facteur de perte) est représentative d'une zone de transition. Le niveau relativement élevé de frottement interne traduit des mouvements moléculaires de grande ampleur, tels que ceux observés lors d'une transition principale. D'après les données bibliographiques (Goring, 1963 ; Olsson & Salmén, 1992 ; Hamdan *et al.*, 2000), cette transition correspond à la relaxation des lignines.

Conformément aux données bibliographiques citées dans le paragraphe 2.1.1.2 de ce chapitre, un écart d'environ 20°C est enregistré entre les sommets des pics de  $E''$  et  $\tan\delta$  (Figure IV- 22).



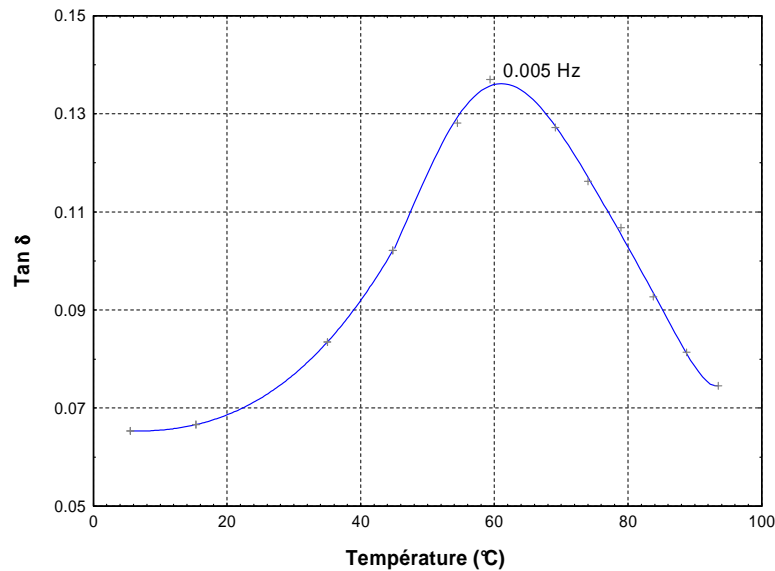
**Figure IV- 22 : Evolution du module de perte et du facteur de perte pour un échantillon de chêne saturé en eau sollicité dans la direction radiale à une fréquence de 0.5 Hz**

D'après la Figure IV- 20-c, pour une fréquence de sollicitation de 1 Hz, la température de ramollissement est d'environ 78°C. Cette température est un peu plus faible que la valeur de 85°C donnée par Saadi (2002), dans ses travaux effectués avec un DMA pour des échantillons de chêne saturés en eau, en direction radiale.

Passard & Perré (2005) ont mesuré un module d'élasticité moyen de 687 MPa pour du chêne saturé en eau en direction radiale à température ambiante. Cette valeur est déterminée par des essais de fluage. Dans le cas de l'échantillon testé avec le WAVE<sup>T</sup> et dont les résultats sont présentés sur la Figure IV- 20, le module de stockage à une température de 20°C et une fréquence de 1 Hz est du même ordre de grandeur, aux environs de 600 MPa.

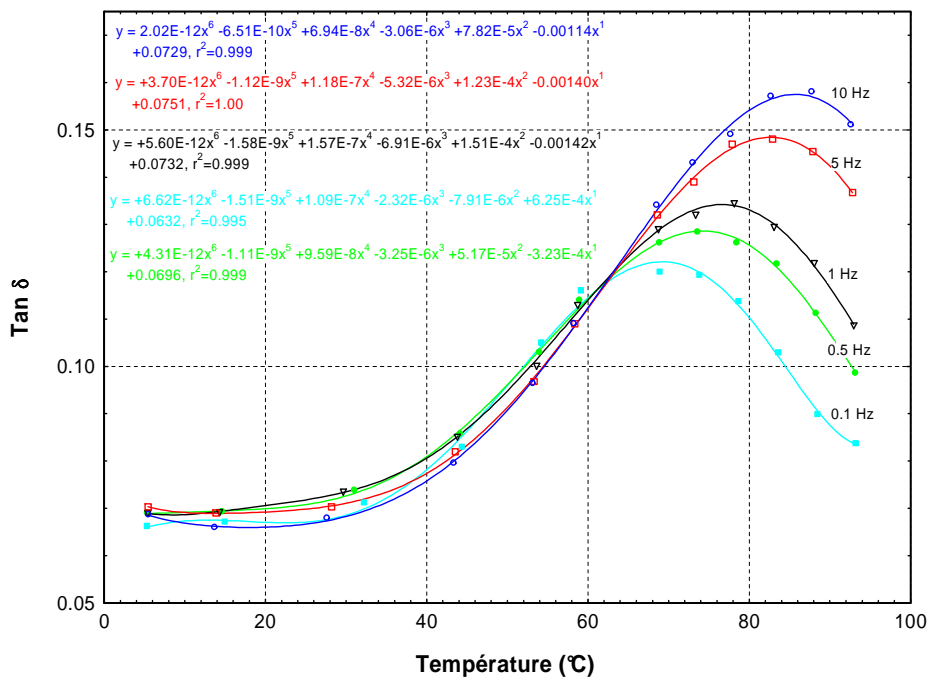
Par ailleurs, les mesures à très basse fréquence sont relativement longues : la durée d'une période à une fréquence de 0.005 Hz est de 3'20. Pour un essai multifréquence 0.005 – 10 Hz avec des paliers de mesure tous les 5°C, il faut compter environ 24 heures d'acquisition.

Dans le cas du chêne, nous constatons que les essais réalisés à des fréquences supérieures à 0.01 Hz permettent de déterminer aisément la température de ramollissement dans la plage de température considérée (5 à 95°C). Ainsi, les essais à ce niveau de fréquence n'ont pas été systématiquement réalisés pour l'ensemble des échantillons. Voici, à titre d'exemple le résultat des mesures réalisées à très basse fréquence pour un échantillon de chêne en direction radiale (Figure IV- 23). La température de ramollissement du bois pour ce niveau de fréquence de sollicitation est d'environ 62°C.



**Figure IV- 23 : Evolution du facteur de perte en fonction de la température à une fréquence de 0.005 Hz pour un échantillon de Chêne en direction radiale**

Dans la suite de ce travail, les courbes de  $\tan\delta$  seront parfois lissées à l'aide d'une régression polynomiale. Ce lissage permet de conserver une allure de courbe satisfaisante au niveau du pic de ramollissement lorsque l'écart entre deux points expérimentaux est important, et ainsi de déterminer soigneusement la température de ramollissement. Cette courbe est tracée seulement dans cette intention et son équation ne peut en aucun cas être utilisée en dehors de la plage formée par les points expérimentaux. La Figure IV- 24 illustre le résultat du lissage des courbes obtenu par régression polynomiale pour les mesures présentées sur la Figure IV-20-c. Le niveau de corrélation entre les points expérimentaux et les régressions polynomiales est satisfaisant.



**Figure IV- 24 : Lissage des courbes du facteur de perte en fonction de la température.**



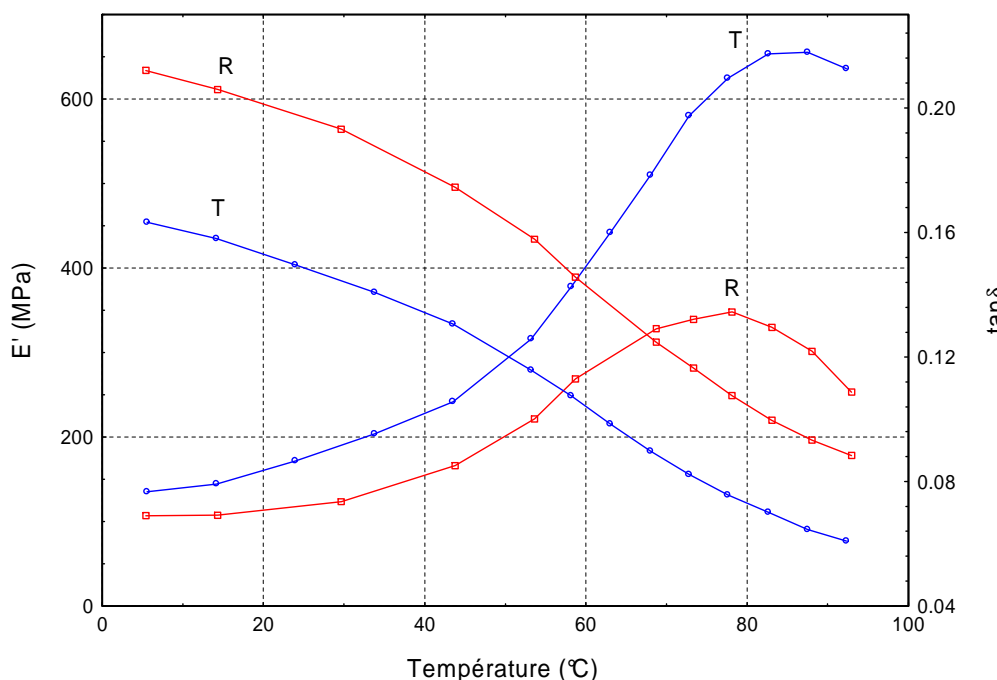
Comme pour la direction radiale, l'évolution des propriétés viscoélastiques ( $E'$ ,  $E''$  et  $\tan\delta$ ) en fonction de la température et de la fréquence a été déterminée pour un échantillon de Chêne dans la direction tangentielle. Les résultats sont synthétisés dans **l'annexe V**.

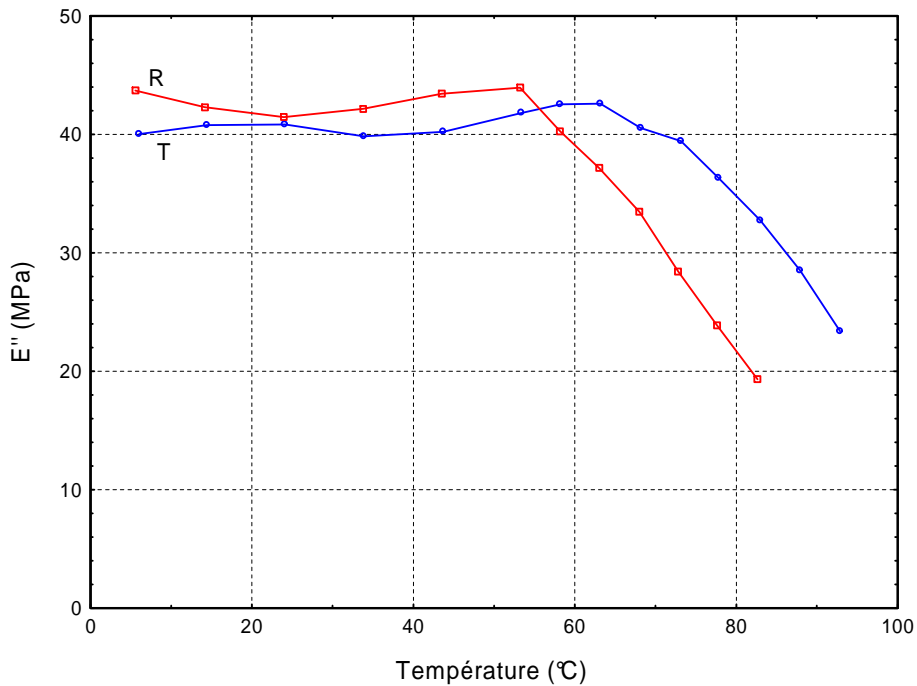
L'ensemble des remarques et tendances trouvées pour la direction radiale sont valables pour la direction tangentielle. La température de ramollissement, attribuée à la relaxation des lignines, apparaît à une température de 81 °C pour une fréquence de 0.1 Hz. Cette valeur est en accord avec les données de Saadi (2002), qui trouve pour le chêne saturé en eau en direction tangentielle, à une fréquence de 0.1 Hz, une température de ramollissement de 80°C (Tableau IV- 3). Pour le module de stockage, à une fréquence de 1 Hz, une valeur de 420 MPa est déterminée pour l'échantillon considéré. Cette valeur est du même ordre de grandeur que celle trouvée par Passard & Perré (2005), pour du chêne saturé en eau en direction tangentielle, à température ambiante 398 MPa (Tableau IV- 2)

	Direction Radiale	Direction Tangentielle
MOE (Passard & Perré, 2005) MPa	<b>687</b> (559...781)	<b>398</b> (347...526)
$E'$ (WAVE <sup>T</sup> ), 1 Hz MPa	<b>645</b> (600...788)	<b>457</b> (420...528)

**Tableau IV- 2 : Comparaison des modules de stockage déterminés par le WAVE<sup>T</sup> aux modules d'élasticité déterminés par Passard & Perré dans des essais de fluage**

Si les tendances sont les mêmes pour les directions radiale et tangentielle, nous pouvons cependant relever des différences notables entre ces deux directions matérielles. La Figure IV- 25 montre que le module de stockage en direction radiale est supérieur au module en direction tangentielle, et ce indépendamment de la température.





**Figure IV- 25 : Comparaison des propriétés viscoélastiques en fonction de la direction matérielle pour du bois de Chêne (fréquence : 1 Hz)**

Le ratio  $E'_R/E'_T$  à 20°C pour une fréquence de 1 Hz est d'environ 1.41. En effet, il est bien connu que les rayons ligneux orientés dans la direction radiale, associés à la forme spécifique des cellules résultant de l'activité du cambium tendent à renforcer mécaniquement le matériau dans cette direction (Perré, 2001).

La valeur maximale du coefficient de perte est largement plus élevée en tangentielle (0.22) qu'en radiale (0.135), et la température de ramollissement plus importante. D'après le Tableau IV- 3, la différence varie entre 5 et 7°C selon la fréquence de sollicitation. De même le pic de module de perte est plus élevé pour la direction tangentielle que pour la direction radiale.

		R		T	
		Saadi (2002)	WAVE <sup>T</sup>	Saadi (2002)	WAVE <sup>T</sup>
Tg	10 Hz	91	85	-	-
	1 Hz	85	78	91	85
	0.1 Hz	77	73	80	78
	0.01 Hz	75	64	76	/

**Tableau IV- 3 : Comparaison des températures de ramollissement récoltées par le WAVE<sup>T</sup> aux données bibliographiques de Saadi (2002)**

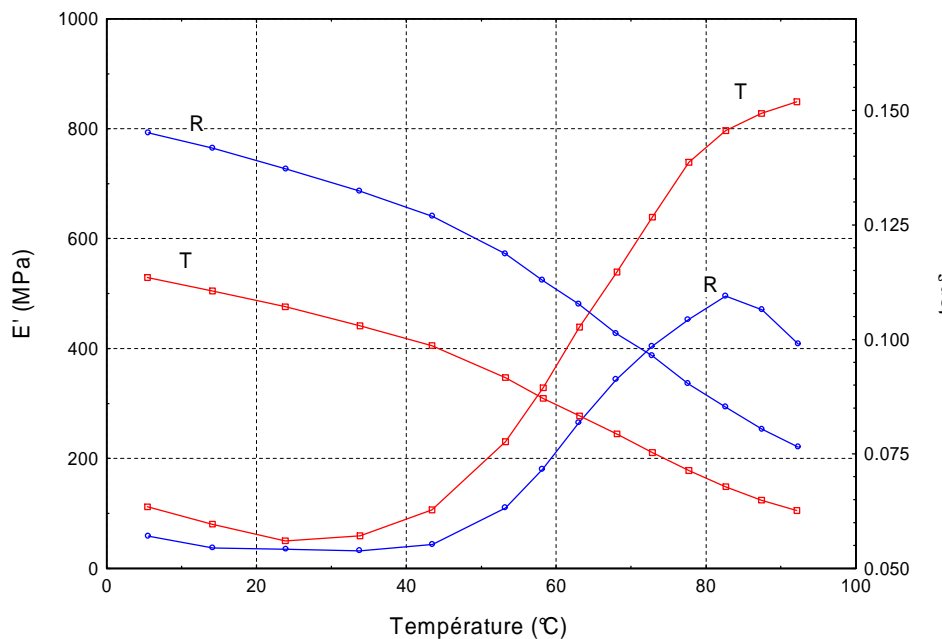
## 2.1.2.2. Hêtre

L'**annexe VI** présente les résultats obtenus pour les échantillons de hêtre, en direction radiale et en direction tangentielle. Comme pour le chêne, les résultats sont présentés pour un échantillon, sachant que nous avons vérifié la reproductibilité des mesures sur plusieurs échantillons « jumeaux », issus de la même génératrice.

Globalement les tendances sont les mêmes que pour le Chêne. Nous pouvons constater que le module de stockage est légèrement plus important que pour le Chêne, et que le ramollissement du bois apparaît pour des températures supérieures de quelques degrés.

L'allure des courbes du module de perte et du facteur de perte au niveau des faibles températures laisse suggérer la possible existence d'un second pic en dessous de 0°C. D'après la littérature (Olsson & Salmén, 1997 ; Lenth 1999), ce phénomène pourrait être attribué à la relaxation des hémicelluloses, qui pour le bois humide apparaît en-dessous de 0°C.

La comparaison des propriétés viscoélastiques dans les directions du plan transverse montre là encore une température de ramollissement et un frottement interne plus faibles dans la direction radiale que dans la direction tangentielle (Figure IV- 26). Notons que le ratio  $E'_R/E'_T$  pour le Hêtre est d'environ 1,37. Contrairement aux résultats obtenus pour le Chêne (Figure IV- 25), l'écart entre les pics de  $E''$  pour les directions radiale et tangentielle est minime.



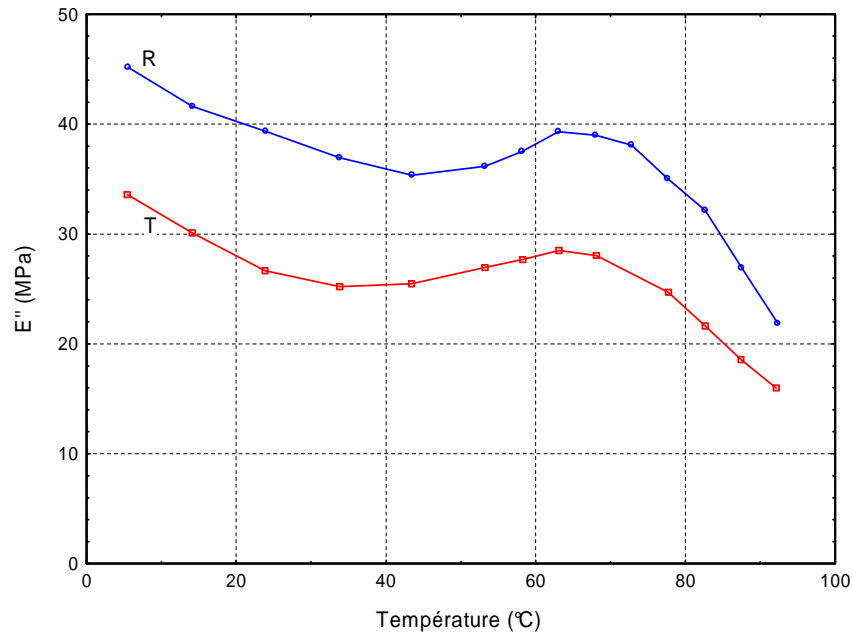


Figure IV- 26 : Comparaison des propriétés viscoélastiques en fonction de la direction matérielle pour du bois de Hêtre (fréquence : 1 Hz)

Le Tableau IV- 4 synthétise les valeurs des propriétés viscoélastiques mesurées pour le Hêtre et pour le Chêne. Ces deux essences de feuillus tempérés présentent des propriétés de rigidité du même ordre de grandeur, et cependant révèlent une température de ramollissement du bois différente. On enregistre 5°C de différence en moyenne en direction radiale contre 2 à 3°C en tangentielle. Cet écart peut s'expliquer par des différences au niveau de l'organisation anatomique (plan ligneux) et également par la teneur et la nature des lignines composant les échantillons considérés.

Essence	Chêne		Hêtre	
	R	T	R	T
Direction matérielle				
Nb échantillons testé	3	3	5	4
E' (20°C, 1Hz) (MPa)	<b>645</b> (600...728)	<b>457</b> (420...528)	<b>674</b> (583...779)	<b>491</b> (472...504)
ratio E' <sub>R</sub> /E' <sub>T</sub>		1.41		1.37
<b>Tg</b>				
10 Hz	85			
5 Hz	83			
1 Hz	78	85	83	
0.5 Hz	76	83	81	85
0.1 Hz	73	78	76	81
0.05 Hz	70	75	74	77
0.01 Hz	64			
0.005 Hz	62			

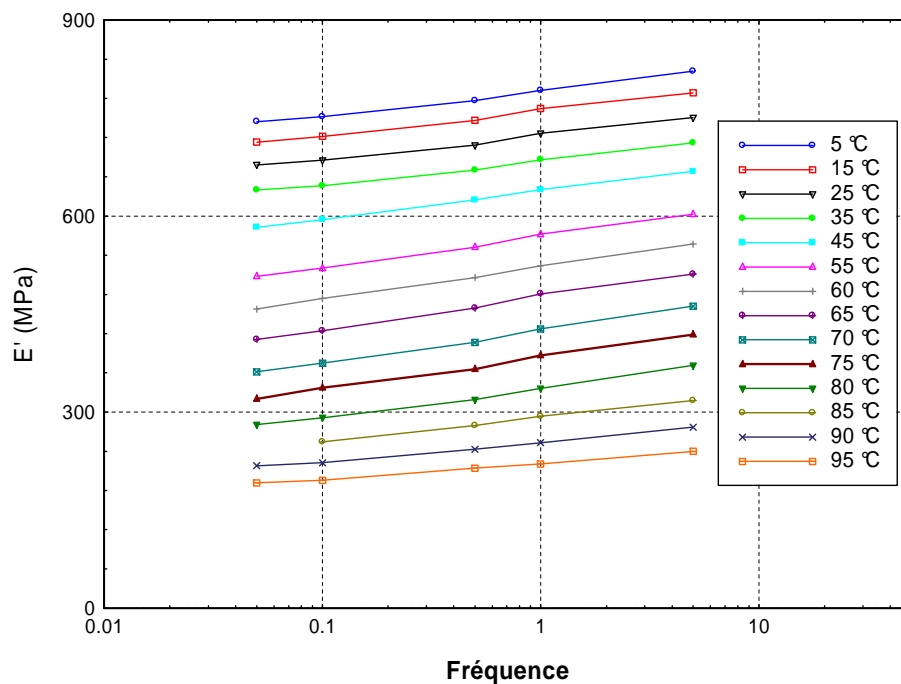
Tableau IV- 4 : Comparaison des résultats obtenus pour le Chêne et pour le Hêtre

**2.1.3. Equivalence temps-température**

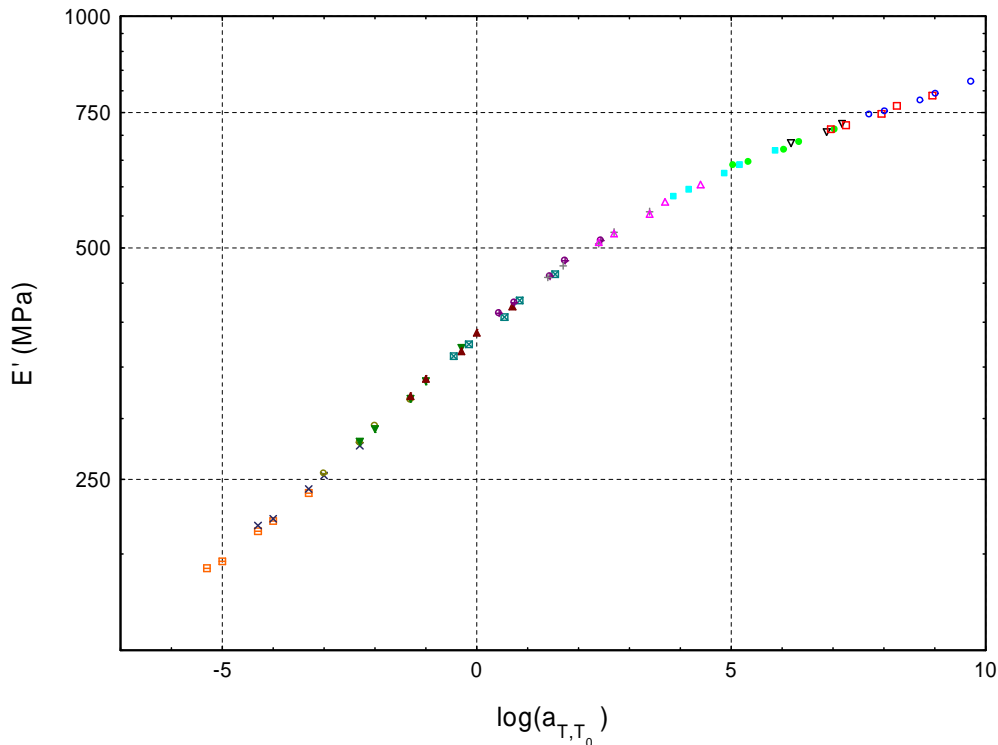
Un objectif important du travail présenté dans ce mémoire est l'équivalence temps-température. Nous l'avons vu dans le chapitre bibliographique (Chap.I, 2.3), il existe deux interprétations majeures de ce phénomène, traduites à travers les lois d'Arrhénius et WLF (William Landel et Ferry). Une méthode simple permet de mettre en évidence le principe de l'équivalence temps-température en construisant des courbes maîtresses.

**2.1.3.1. Courbes maîtresses**

A partir des mesures du module de stockage dans des conditions isothermes, on peut tracer l'évolution du module en fonction de la fréquence pour les différentes températures. En choisissant une température de référence ( $T_0$ ), on peut alors construire une courbe entière par translations et superpositions successives de tous les segments de courbe obtenus à différentes températures. La translation le long de l'axe du temps est effectuée grâce au facteur de translation  $a_{T,T_0}$  (Figure IV- 27 et Figure IV- 28).



**Figure IV- 27 : Evolution du module de stockage dans des conditions isothermes en fonction de la fréquence de sollicitation (bois de Hêtre, direction radiale)**



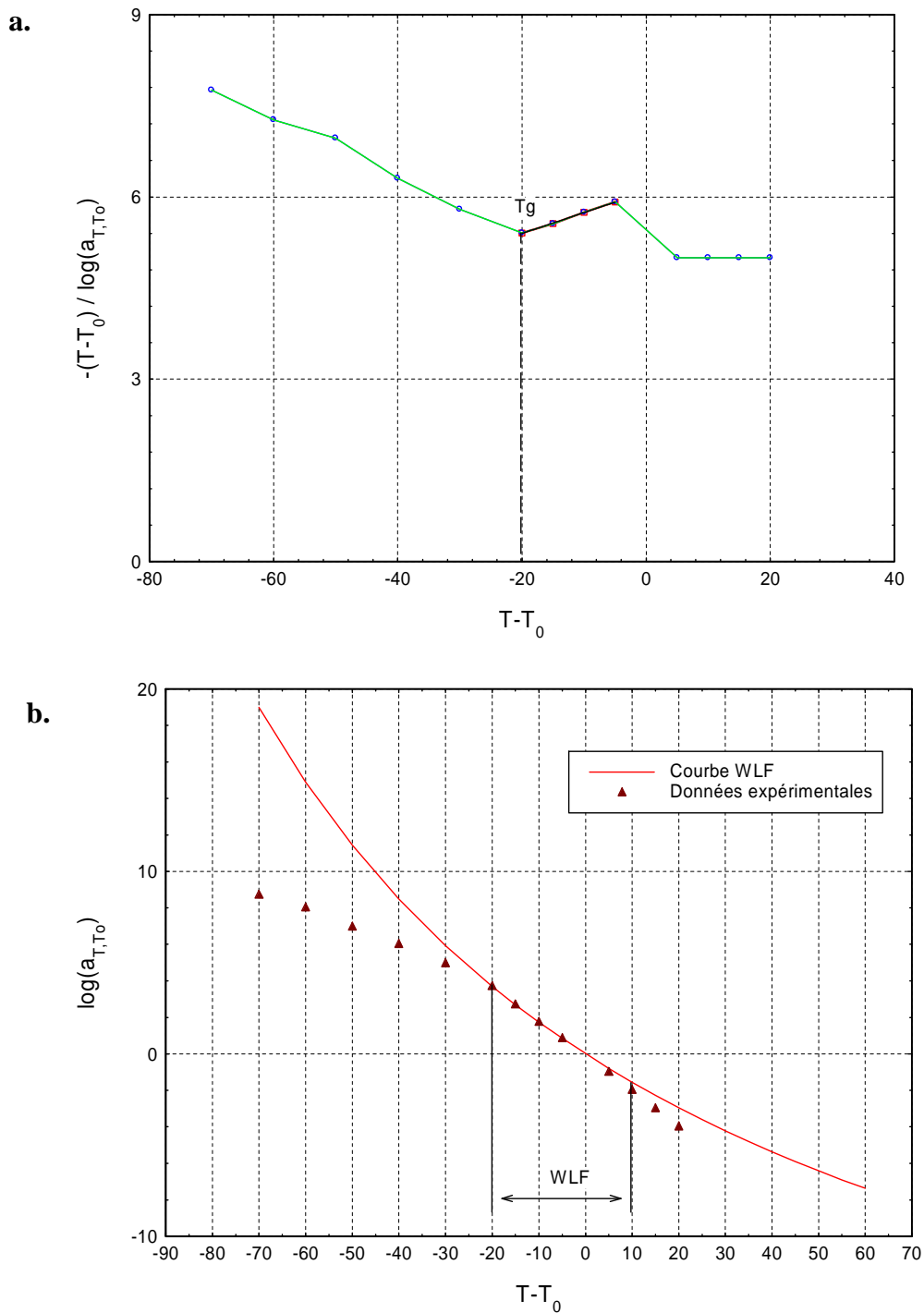
**Figure IV- 28 : Courbe maîtresse pour un échantillon de Hêtre prélevé dans la direction radiale ( $T_0 = 75^\circ\text{C}$ )**

Nous constatons que pour l'échantillon de bois considéré, l'allure de la courbe maîtresse est conforme aux attentes. Notons également que la forme de la courbe dans sa partie supérieure laisse suggérer l'amorce d'une seconde transition (peut-être celle des hémicelluloses).

Rappelons que la loi WLF s'exprime de la manière suivante :  $\log a_{T,T_0} = -\frac{c_1^0(T - T_0)}{c_2^0 + T - T_0}$  où

$c_1^0, c_2^0$  sont deux constantes qui dépendent de la température de référence et de la nature du polymère. La partie linéaire de la courbe  $(T - T_0)/\log a_T$  versus  $(T - T_0)$  permet d'identifier les constantes  $c_1^0, c_2^0$  (Figure IV- 29-a).

La Figure IV- 29-b décrit l'évolution du facteur de translation déterminé expérimentalement (lors de la construction de la courbe maîtresse) et celle du facteur de glissement généré par l'équation WLF identifié. Il apparaît clairement que la loi WLF n'est valable que sur une plage de température limitée à une trentaine de degrés. Le facteur de glissement suit la prédiction de l'équation de la loi WLF à partir de 55°C (Figure IV- 29-b). D'après la bibliographie (Salmén, 1984), cette température correspond à une mesure intrinsèque de la température de ramollissement des lignines dans le bois massif pour de très faibles fréquences, et qui ne dépend pas des conditions expérimentales.



**Figure IV- 29 : Validité de la loi WLF. a- Détermination des constantes de la loi WLF. b- Evolution du facteur de translation en fonction de la différence de température (T-To).  $T_0 = 75^\circ\text{C}$**

En prenant  $T_0 = T_g$ , on peut accéder aux constantes  $C_1$  et  $C_2$  qui sont normalement universelles. Pour le bois de Hêtre dans la direction radiale, en prenant une température de référence de  $55^\circ\text{C}$ , nous trouvons :  $C_1 = 23.3$  et  $C_2 = 109$ .

$C_1$  et  $C_2$ , sont directement corrélées au volume libre.  $C_1$  est proportionnel à l'inverse du volume libre dans le système amorphe à  $T_g$ , alors que  $C_2$  est relié au ratio de volume libre à

T<sub>g</sub> sur l'augmentation du volume libre par expansion thermique au-dessus de T<sub>g</sub>. On peut donc, par l'intermédiaire des formules définies comme suit, déterminer α<sub>f</sub> et f<sub>g</sub> :

$$C_1 = \frac{B}{2.303 f_g} \text{ avec } f_g \text{ fraction de volume libre à } T_g \text{ et où la constante } B \text{ est de l'ordre de } 1,$$

$$C_2 = \frac{f_g}{\alpha_f} \text{ avec } \alpha_f \text{ coefficient d'expansion volumétrique du volume libre.}$$

On trouve ainsi α<sub>f</sub> = 1,71.10<sup>-4</sup> deg<sup>-1</sup> et f<sub>g</sub> = 0.015. Ces résultats sont du même ordre de grandeur que ceux trouvés par Salmén (1984, 1992) pour un Epicéa (α<sub>f</sub> = 3,1.10<sup>-4</sup> deg<sup>-1</sup> et f<sub>g</sub> = 0.024).

L'énergie d'activation apparente peut être calculée à partir de ces constantes, de la manière

$$\text{suivante : } -\left(\frac{\Delta H_a}{R}\right)_T = \left[\frac{d \ln a_{T,T_0}}{d(1/T)}\right]_T \text{ soit } \Delta H_a = 2.303R \frac{C_1 C_2}{\left(1 - \frac{T_0 - C_2}{T}\right)^2}$$

où R est la constante des gaz parfaits.

Ainsi, l'énergie d'activation déterminée pour le bois de Hêtre en direction radiale est égale à 453 kJ.mol<sup>-1</sup>.

La Figure IV- 30 regroupe les courbes maîtresses établies pour le Chêne et le Hêtre dans les deux directions matérielles du plan transverse, pour une température de référence 55°C. Dans ces conditions d'expérimentation, la lignine suit bien un comportement de type WLF, comme la plupart des matériaux polymères amorphes.

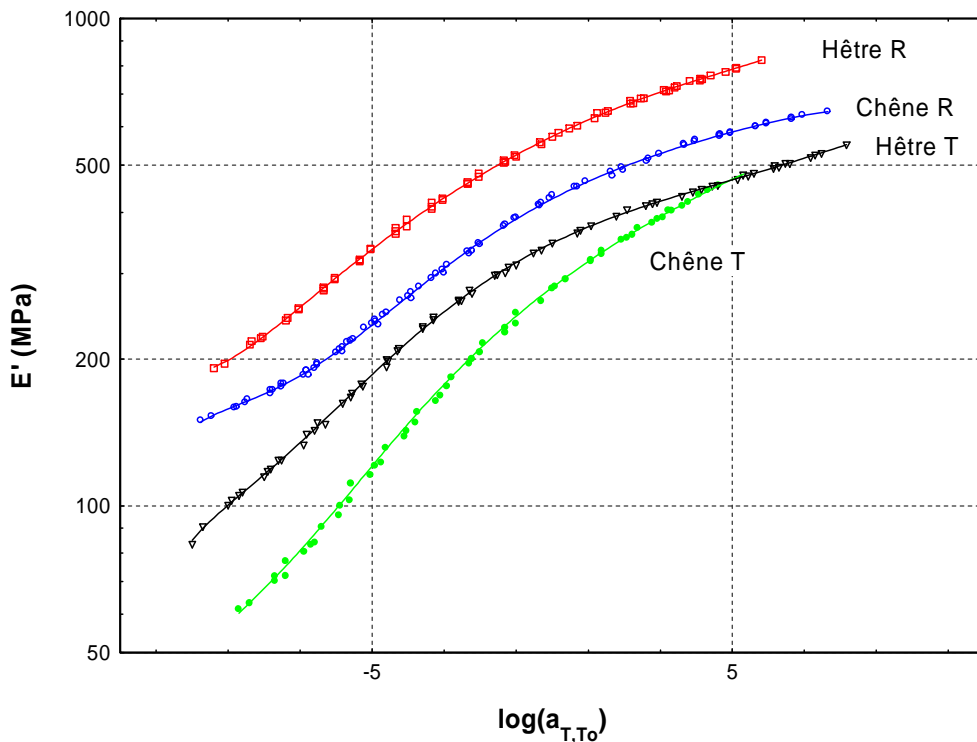


Figure IV- 30 : Courbes maîtresses en fonction de la direction matérielle pour deux essences de feuillus : le Chêne et le Hêtre (Tréf = 55°C)



Le Tableau IV- 5 synthétise l'ensemble des caractéristiques et constantes des lois d'équivalence temps-température pour les essences et directions matérielles considérées.

Essence		Chêne		Hêtre	
Direction matérielle		R	T	R	T
<b>Arrhénius</b> $\Delta H_a$ (kJ.mol <sup>-1</sup> )		<b>332</b>	<b>314</b>	<b>341</b>	<b>299</b>
<b>WLF</b>	$T_{réf}$	55°C	60°C	55°C	60°C
	$C_1$	24.5	27.4	23.3	24.9
	$C_2$	111.9	132.20	109	97.70
	$\alpha_f$ (10 <sup>-4</sup> K <sup>-1</sup> )	1.58	1.2	1.71	1.78
	$f_g$	0.018	0.013	0.015	0.017
	$\Delta H_a$ (kJ.mol <sup>-1</sup> )	<b>426</b>	<b>440</b>	<b>453</b>	<b>490</b>

**Tableau IV- 5 : Récapitulatif des énergies d'activation déterminées à l'aide des lois d'Arrhénius et WLF**

Les constantes  $C_1$  et  $C_2$  sont du même ordre de grandeur pour les deux essences de bois et les directions matérielles considérées. Les températures de ramollissement étant relativement proches pour les 4 types de bois présentés, il est difficile de déceler une tendance entre cette température et le coefficient d'expansion volumétrique. Théoriquement, plus la température de transition est faible, plus le volume libre est important et donc plus la valeur du coefficient est élevée.

Par ailleurs, l'énergie d'activation apparaît d'autant plus forte que la température de ramollissement est élevée. En effet, plus un polymère est réticulé, plus il faut lui apporter d'énergie pour atteindre sa relaxation.

La loi WLF repose sur la théorie du volume libre. Si on considère que l'effet de la température sur la viscosité se fait sentir uniquement par l'intermédiaire du volume libre, on conçoit que l'équation WLF soit privilégiée au-dessus de  $T_g$ . Par contre, aux températures inférieures à la transition vitreuse, le volume libre est indépendant de la température. La variation de mobilité avec la température sera donc déterminée essentiellement par activation thermique qui suit une loi d'Arrhénius. La loi d'arrhénius s'écrit :

$$\frac{d \ln(f)}{d\left(\frac{1}{T}\right)} = \frac{d \ln(a_{T,T_0})}{d\left(\frac{1}{T}\right)} = \frac{-\Delta H_a}{R}$$

A partir du diagramme d'Arrhénius (Figure IV- 31), il est possible de déterminer les énergies d'activation. Celles-ci figurent dans le Tableau IV- 5.

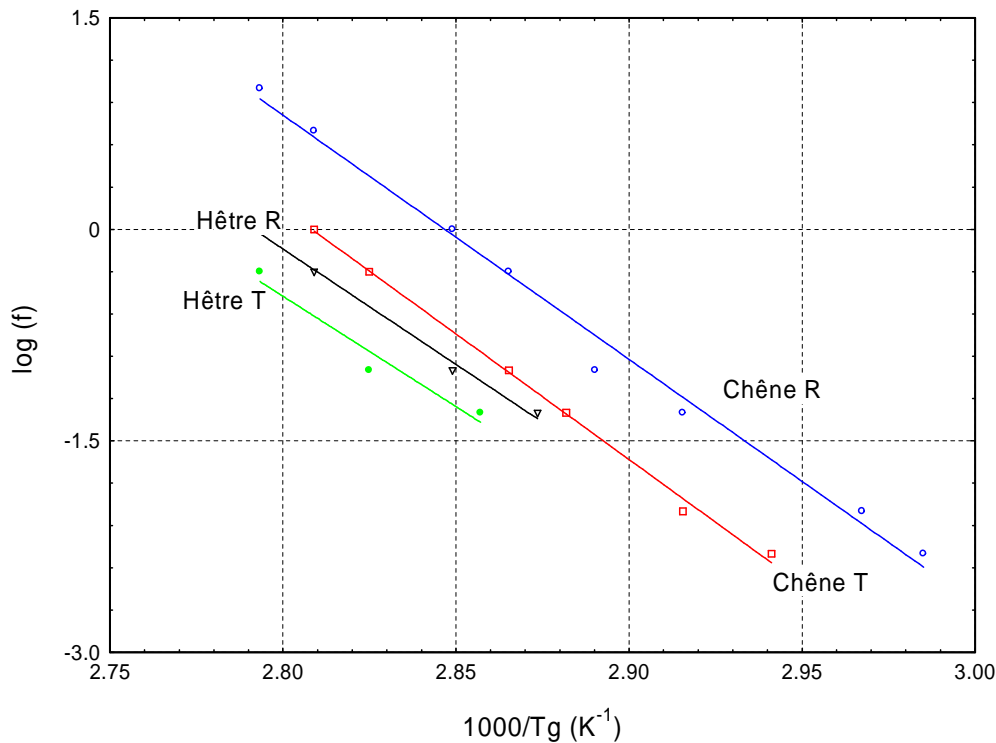


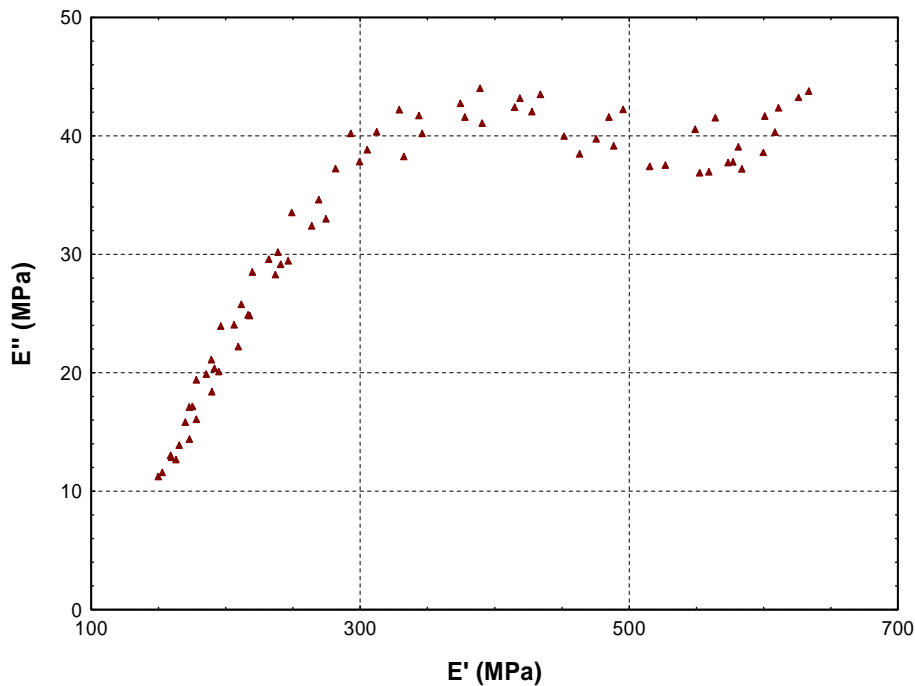
Figure IV- 31 : Diagramme d'Arrhénius

On constate que l'énergie d'activation déterminée par la loi WLF est plus importante que celle déterminée par la loi d'Arrhénius (Tableau IV- 5). Si on considère que l'énergie d'activation est d'autant plus importante que la fréquence est faible, ce résultat est cohérent (puisque l'énergie d'activation pour la loi WLF est déterminée pour une très basse fréquence).

### 2.1.3.2. Diagrammes Cole-Cole

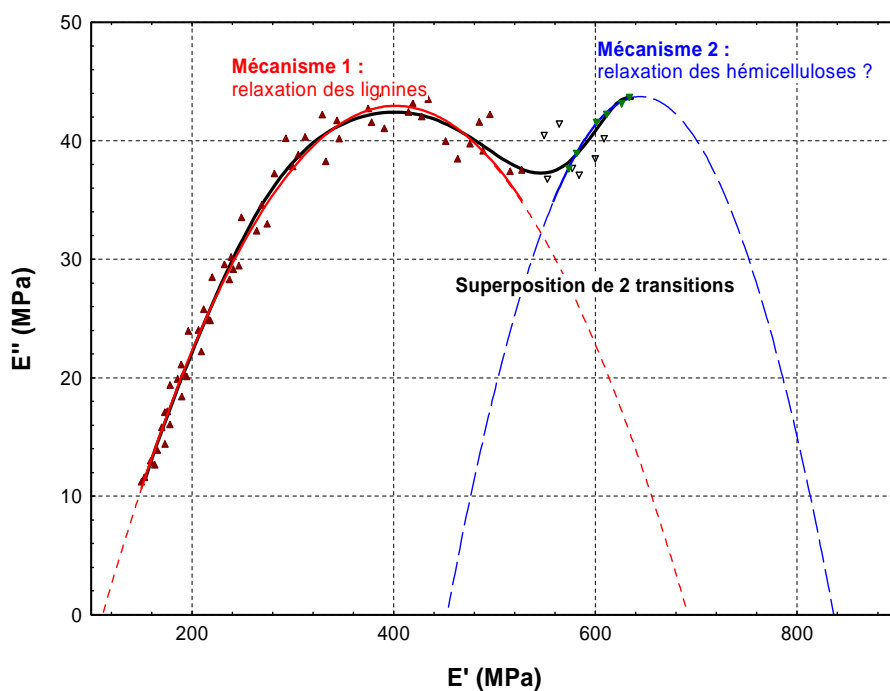
Comme nous l'avons mentionné dans le chapitre bibliographique, le diagramme Cole-Cole est un moyen commode pour représenter les propriétés viscoélastiques d'un matériau. Il permet de mettre en évidence par l'intermédiaire de demi-cercles des phénomènes ou mécanismes de relaxation. Nous allons voir dans ce paragraphe, qu'au-delà d'un simple moyen de représentation, le diagramme Cole-Cole peut se révéler être un véritable outil de validation de l'équivalence temps-température. En effet, cette équivalence est depuis très longtemps discutée pour le bois. Elle est valide pour des polymères homogènes, mais qu'en est-il pour un polymère hétérogène comme le bois ?

La Figure IV- 32 présente un diagramme Cole-Cole synthétisant l'ensemble des mesures réalisées pour un échantillon de Chêne, en direction radiale, pour des fréquences de sollicitation comprises entre 1 Hz et 5 mHz et des températures variant de 5 à 95°C. Il apparaît assez clairement un demi-cercle ou plutôt un arc de cercle, correspondant à la transition des lignines. Au niveau des valeurs élevées des modules de perte et stockage (correspondant aux mesures réalisées aux faibles températures et hautes fréquences), nous pouvons voir s'amorcer un second arc de cercle, qui pourrait correspondre à la transition des hémicelluloses.



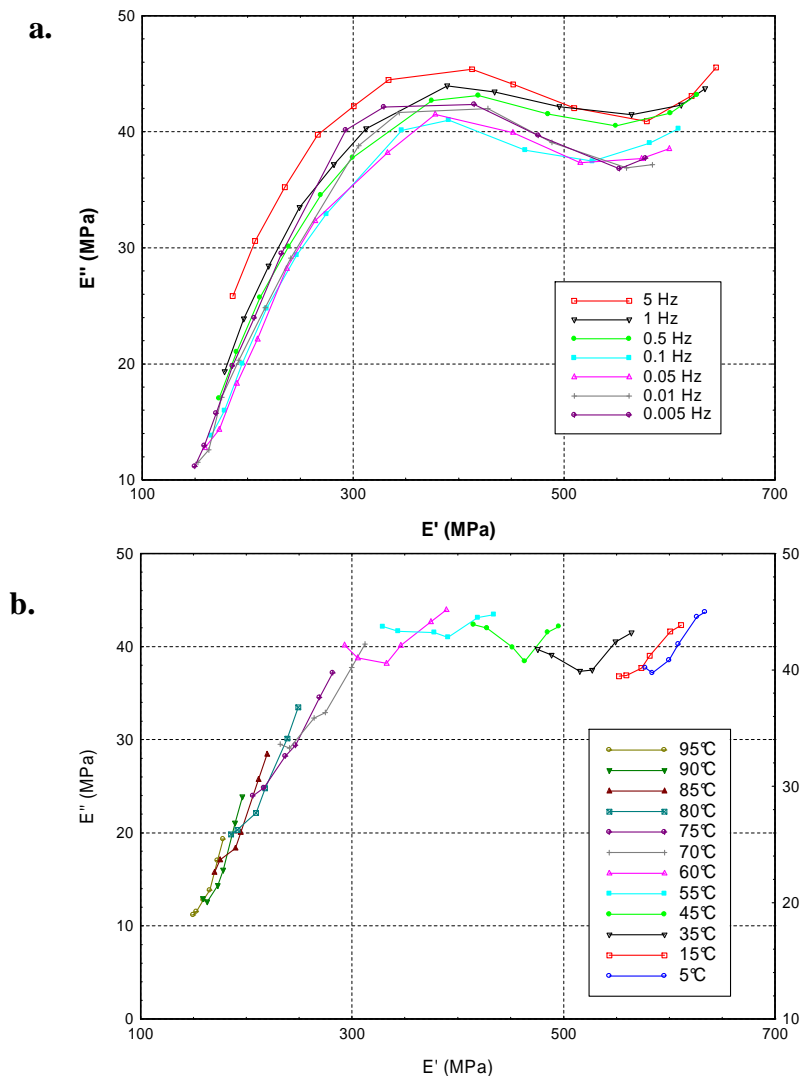
**Figure IV- 32 : Diagramme Cole-Cole d'un échantillon de Chêne dans la direction radiale. Les mesures sont effectuées dans une plage de fréquence de  $1 \text{ à } 5.10^{-3} \text{ Hz}$  et de température de  $5 \text{ à } 95^\circ\text{C}$**

Ce diagramme Cole-Cole comporterait ainsi deux transitions des polymères constitutifs du bois, transitions se superposant en partie. La figure suivante propose une extrapolation à partir des points expérimentaux, de ce que pourrait être l'allure de ces deux mécanismes dans leur intégralité.



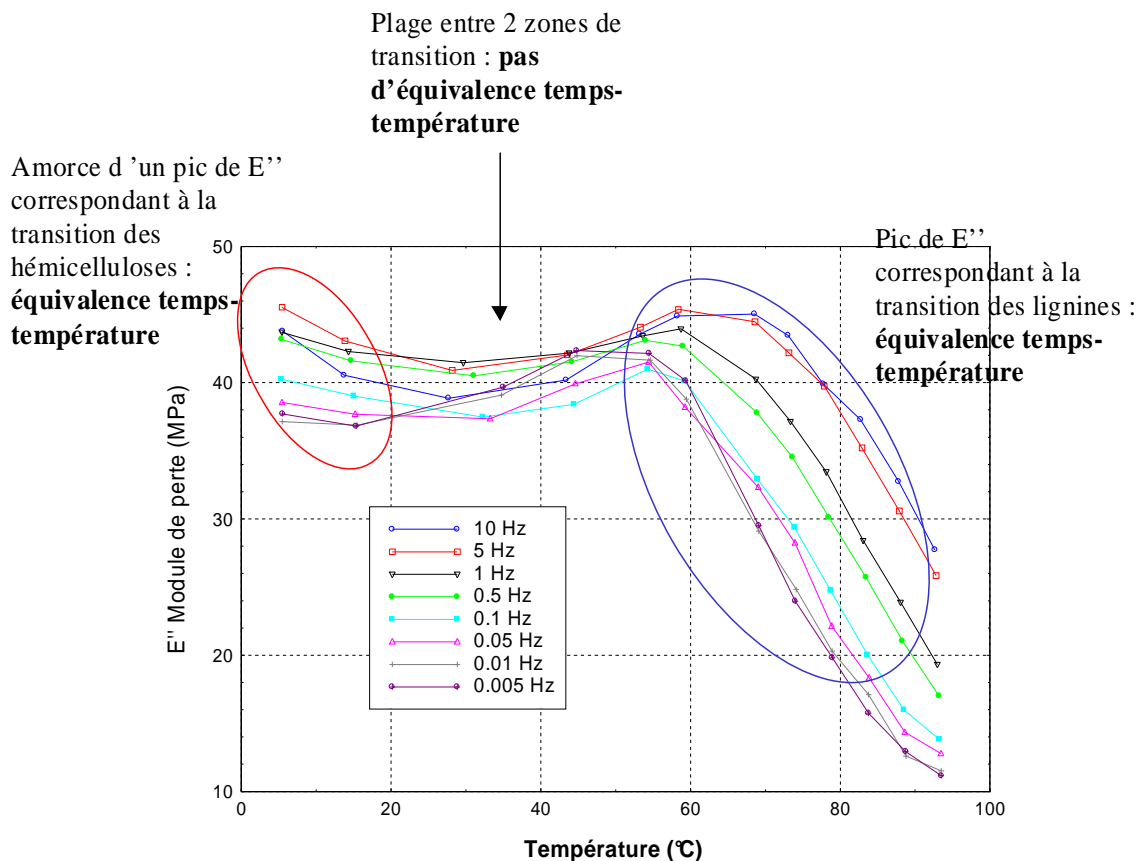
**Figure IV- 33 : Extrapolation à partir des points expérimentaux des deux mécanismes de transition superposés**

D'après ces résultats, nous pourrions pencher pour une validité de l'équivalence temps-température pour le matériau bois. Mais en représentant au sein de ce même diagramme Cole-Cole les points expérimentaux en les regroupant par température ou par fréquence de sollicitation, nous pouvons faire apparaître des éléments importants permettant de faire avancer le débat (Figure IV- 34). On constate de cette manière, qu'à fréquence constante, les points correspondant aux diverses températures décrivent une courbe dont l'allure est semblable à la combinaison des deux arcs de cercles représentés sur la figure précédente. Cette allure de courbe est à peu près identique pour chaque fréquence. Ces courbes se superposent plus ou moins parfaitement. En représentant cette fois-ci les mesures à température constante en fonction de la fréquence (Figure IV- 34-b), on obtient des courbes correspondant à un morceau de la combinaison des arcs de cercles. Le recouvrement de ces courbes n'est pas valable pour les mesures effectuées entre les deux transitions (lignine et hémicelluloses).



**Figure IV- 34 : Diagramme Cole-Cole pour le même échantillon de Chêne en direction radiale (fréquence : 1 à  $5 \cdot 10^{-3}$  Hz, température : 5 à 95°C). a- représentation des températures pour chaque fréquence de sollicitation. b – représentation des fréquences pour chaque palier de température**

Il semblerait donc que l'équivalence temps-température ne soit valable que sur certaines plages « thermo-temporelles ». Dans le diagramme Cole-Cole représenté précédemment, cette équivalence n'est valable que pour les points se situant dans les plages de transition, c'est-à-dire au niveau des pics de  $\tan\delta$  et de  $E''$  (Figure IV- 35). Bien sûr, en fonction de la fréquence de sollicitation, ces pics ne se situent pas au même niveau de température. Ainsi, à une température donnée, on peut se situer dans une plage de ramollissement pour les basses fréquences et être en dehors de cette plage pour des hautes fréquences. Dans ce cas, le recouvrement des séries de données correspondant aux deux fréquences ne sera pas parfait dans le diagramme Cole-Cole.



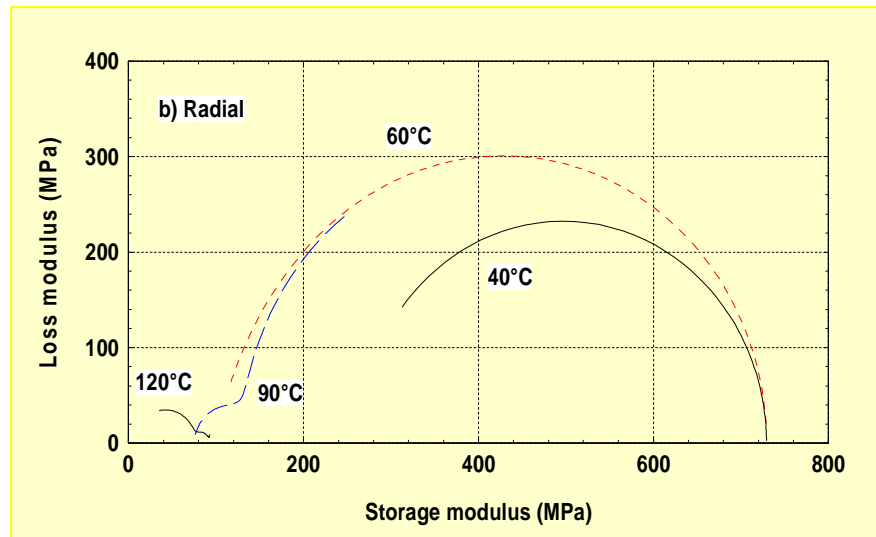
**Figure IV- 35 : Corrélation entre les zones d'équivalence temps-température et les pics de ramollissement**

Tout ceci tend vers une même conclusion : *l'équivalence temps-température est valide au niveau des zones du ramollissement du bois, et ne l'est plus en dehors de ces zones.*

Rappelons que le bois est un polymère hétérogène, son comportement rhéologique intègre donc la réponse de chacun des polymères constitutifs. Lorsqu'on se situe à une température correspondant à la relaxation d'un des polymères, c'est le comportement de celui-ci qui semblerait l'emporter au niveau de la réponse globale du bois, l'équivalence temps-température serait alors valable. Par contre, en dehors de ces zones, la réponse du matériau

résulte de la somme des réponses des différentes macromolécules, les temps de réponse étant différents pour chacune d'entre elles, l'équivalence temps-température ne serait plus valable.

Nous savons que les modèles rhéologiques peuvent facilement être représentés dans le diagramme Cole-Cole. Ils décrivent des demi-cercles ou des arcs de cercles. Il est intéressant de voir si les modèles analogiques développés pour le bois sont capables de prédire les résultats expérimentaux trouvés ci-dessus. Parmi l'ensemble des différents modèles rhéologiques trouvés dans la littérature pour la modélisation du bois dans le domaine viscoélastique linéaire, le modèle de Kelvin généralisé est apparu le plus adapté au matériau. Passard & Perré (2005) ont identifié à partir d'essais de fluage des éléments de Kelvin thermo-activés pour le Chêne et l'Épicéa dans les directions radiale et tangentielle. La Figure IV- 36 propose une représentation de Cole-Cole simulée à l'aide des éléments de Kelvin identifiés par Passard & Perré pour du bois de Chêne de la direction radiale.



**Figure IV- 36 : Diagramme Cole-Cole simulé grâce à un modèle composé de 4 éléments de Kelvin identifiés à l'aide d'essais de fluage sur du bois de Chêne en direction radiale (d'après Passard & Perré, 2005). La simulation est effectuée pour des fréquences variant entre  $3.10^{-5}$  Hz et  $1.5. 10^{-2}$  Hz.**

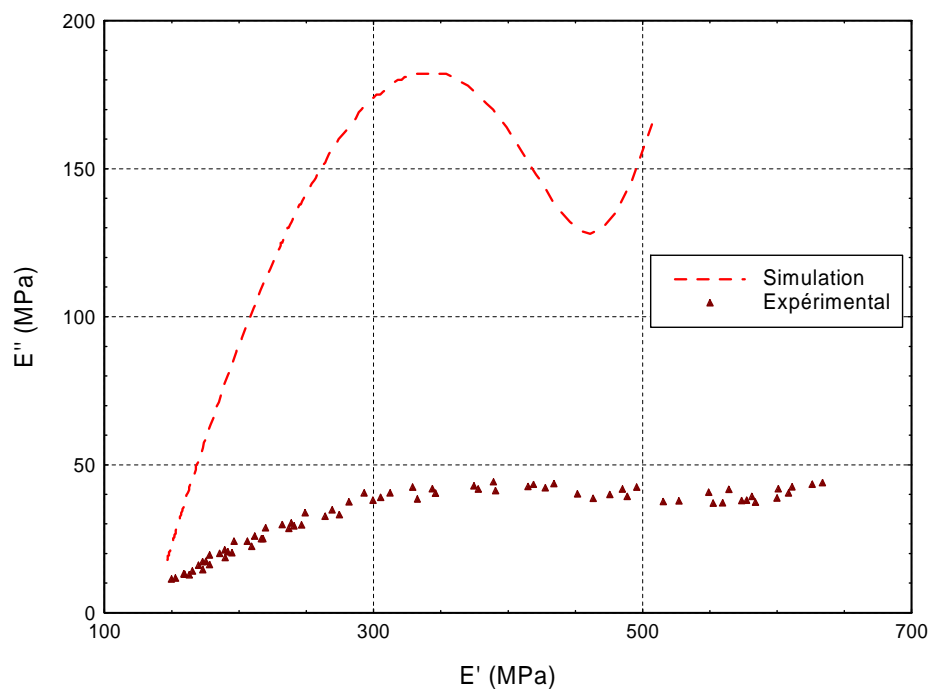
La simulation ne correspond pas aux résultats expérimentaux collectés par les essais harmoniques, synthétisés sur la Figure IV- 33. Si le module de stockage est du même ordre de grandeur, le module de perte est lui beaucoup plus élevé pour la simulation que dans la réalité. On constate également que cette simulation ne prévoit pas d'équivalence temps-température.

Bien sûr, en jouant sur les paramètres des éléments de Kelvin, il est possible de se rapprocher de la courbe formée des points expérimentaux. La Figure IV- 37 présente une comparaison entre les points expérimentaux et une simulation effectuée avec l'approximation d'Alfrey à l'aide de 4 éléments de Kelvin. Notons que le rapport entre le module de stockage et le module de perte n'est toujours pas satisfaisant. La modélisation à l'aide de 4 éléments de

Kelvin ne peut donc simuler correctement les résultats expérimentaux. Nous pouvons dresser le même constat que celui établi pour les matériaux bitumineux (Olard, 2003) : les modèles de Kelvin (et de Maxwell) généralisés ne sont pas toujours appropriés pour la description d'un comportement viscoélastique linéaire complexe. Néanmoins, en augmentant le nombre d'éléments, la modélisation du comportement peut être améliorée. L'utilisation d'un modèle constitué d'un nombre infini d'éléments de Kelvin, caractérisé par un spectre continu, pourrait être une amélioration possible. Ce type de travail a été proposé par Bardet (2001) dans une modélisation à l'aide de spectres d'éléments de Maxwell paraboliques.

Les modèles analogiques ont une réelle signification et une représentation physique en comparaison aux expressions analytiques. Seulement, lorsqu'on tend vers des modèles analogiques à spectre continu, nous perdons peu à peu le lien avec la réalité physique du matériau, le modèle devient une « boîte noire ».

Il faudrait donc se diriger vers d'autres types de modèles rhéologiques que les modèles analogiques, et en particulier vers des modèles structuraux. En effet, les modèles structuraux permettraient de simuler le comportement rhéologique en relation directe avec son organisation anatomique et sa composition biochimique.



n	Delayed modulus (MPa)	Temps de retard à 40°C (h)
1	270	1.28
2	$2,7 \cdot 10^4$	76.3
3	$6,75 \cdot 10^9$	$2,45 \cdot 10^4$
4	$4,5 \cdot 10^9$	$5,52 \cdot 10^4$

**Figure IV- 37 : Comparaison entre des courbes simulées et mesurées. Chêne direction radiale. Fréquence :  $5 \cdot 10^{-3}$  à 1 Hz**

## **2.2. Etude de quelques bois de réaction**

Suite à ce travail sur deux essences de feuillus, nous proposons une étude sur deux bois de réaction : le bois de tension du Peuplier et le bois de compression de l'Epicéa. Les bois de réaction présentent en effet des différences notables au niveau de leur organisation anatomique et de leur composition biochimique.

La comparaison au sein d'une même essence, d'un bois normal et d'un bois de réaction pourrait ainsi apporter des informations intéressantes sur l'influence de l'anatomie et de la composition biochimique sur les propriétés viscoélastiques, dans l'optique éventuelle de la mise au point future d'un modèle rhéologique performant pour le matériau bois.

### **2.2.1. Bois de tension du Peuplier**

#### **2.2.1.1. Matériel végétal et échantillonnage**

Le Peuplier (*Populus*) est un feuillu homogène appartenant à la famille des Salicacées. D'une couleur blanchâtre, l'aubier est non différencié. Les vaisseaux, régulièrement répartis dans les cernes, sont fins et invisibles à l'œil nu. Les rayons ligneux sont unisériés et parmi les plus longs chez les feuillus. Il est utilisé essentiellement en déroulage, emballage, voligeage, emballage léger, panneau de particules et contreplaqué.

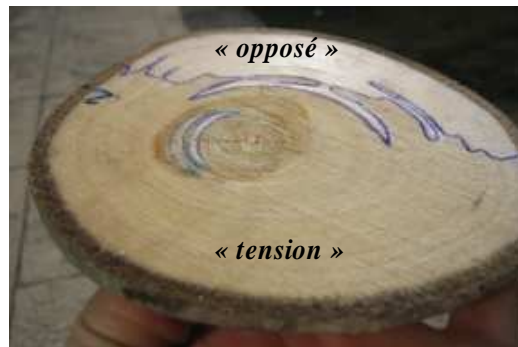
L'échantillonnage a été réalisé selon la même méthode que pour les essences précédentes. L'arbre utilisé pour cet échantillonnage est un jeune Peuplier d'une dizaine d'années issu d'une culture in vitro, réalisée dans l'unité d'amélioration génétique et physiologique forestières de l'INRA d'Orléans. Planté en 1996, il fut incliné artificiellement à partir de 1998 de manière à ce qu'il développe du bois de tension lors de sa croissance. La photo de la Figure IV- 38 montre l'allure de l'arbre sur pied.



**Figure IV- 38 : Photo du Peuplier incliné**

Etant donné le jeune âge de cet arbre, et son faible diamètre (une petite quinzaine de centimètres), peu de matériel végétal était disponible pour l'échantillonnage. Le bois de cet arbre est constitué majoritairement de bois juvénile.



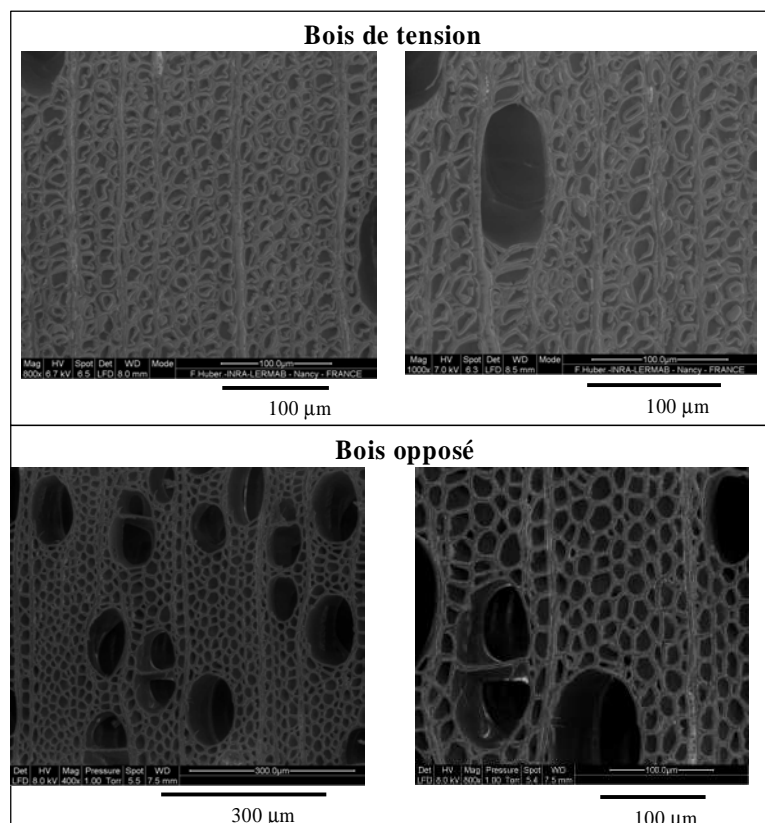


**Figure IV- 39 : Coupe transversale du bois de Peuplier**

Nous avons adopté un vocabulaire particulier pour décrire les différents types de bois présents dans cet arbre (Figure IV- 39). Nous distinguons les bois de tension du bois opposé, qui se trouve à 180°C de ce dernier.

Un examen à l’œil nu a permis de localiser les zones de bois de tension. Diverses caractéristiques permettent de le différencier d’un bois normal. Il présente un aspect clair, une texture grasse et un cœur excentré. Sa formation est en liaison avec des changements cellulaires impliqués dans le développement de contraintes de croissance. D’aspect extérieur, le bois de tension se caractérise également par une apparence pelucheuse au niveau des surfaces du bois sciées à l’état vert (Figure IV- 39).

Une étude au microscope électronique a permis de confirmer la présence de bois de tension et de vérifier l’absence de celui-ci dans le bois opposé (Figure IV-40).



**Figure IV- 40 : Photos réalisées au microscope électronique du bois de tension et du bois opposé**

Au niveau anatomique, dans le bois de tension, les vaisseaux sont moins nombreux et de plus faible diamètre que dans le bois normal. Le pourcentage de fibres est plus important ; leur diamètre est plus faible et leurs parois sont surtout plus épaisses avec un contour très arrondi. Au niveau des fibres du bois de tension, on constate la présence d'une couche gélatineuse, appelée couche G, où les microfibrilles de cellulose sont très peu inclinées ( $5^\circ$ ) par rapport à l'axe de la cellule. L'épaisseur de cette couche G est égale ou supérieure à celle de la couche  $S_2$  de la paroi d'une cellule normale. La paroi cellulaire peut ainsi s'organiser de trois manières différentes :  $S_1 + S_2 + S_3 + G$  ou  $S_1 + S_2 + G$  ou enfin  $S_1 + G$ .

Quant à la composition biochimique, la couche G, formée à 99% de cellulose, est normalement dépourvue de lignine. La cellulose y est plus cristalline que dans le bois normal. Par contre, les couches  $S_1$  et  $S_2$  présentent une concentration en lignine plus forte que dans le bois normal. Nous pouvons enfin préciser que la teneur en cellulose dans le bois de tension est d'environ 40 à 50% plus élevée que dans le bois normal.

Les propriétés de ce bois de réaction diffèrent de celle du bois normal. Il est généralement admis que le bois de tension présente des retraits plus élevés, dus à l'angle important des microfibrilles de la couche  $S_1$ , une densité plus forte (due à la présence de la couche G). Peu d'informations sur le comportement mécanique du bois de tension sont disponibles. Sa résistance à la compression, à la flexion statique et au cisaillement longitudinal serait plus faible que pour le bois normal. Notons également que le phénomène de collapse est courant dans le bois de tension.

### ***2.2.1.2. Résultats et discussions***

L'ensemble des résultats obtenus pour le bois opposé et pour le bois de tension dans les directions radiale et tangentielle, à savoir l'évolution des modules de stockage et de perte et du coefficient de perte en fonction de la température et de la fréquence, sont présentés en **Annexe VII**.

La Figure IV- 41 montre que le module de stockage du Peuplier est plus faible dans la direction tangentielle que dans la direction radiale indifféremment du type de bois. Comme pour les deux essences précédentes de feuillus, ceci est dû à la présence des rayons ligneux particulièrement longs pour cette espèce et à la forme des cellules dans la direction radiale. Le ratio  $E'_R/E'_T$  est par contre pour cette essence largement plus important (aux environs de 3).

Le module de stockage du bois de tension est plus faible que celui du bois opposé pour les deux directions matérielles considérées. La réduction des propriétés de rigidité du bois de tension peut s'expliquer en partie par la diminution en épaisseur des couches  $S_1$  et  $S_2$ . Il est vrai que l'épaisseur globale de la paroi est plus importante dans le bois de tension, du fait de la présence de la couche G; mais le manque de cohésion de celle-ci avec le reste de la paroi fait qu'elle ne participe pas réellement au renforcement mécanique dans le plan transverse. Sur les photos microscopiques de la Figure IV-40).

Figure IV- 40, on constate d'ailleurs que la couche G est décollée du reste de la paroi. La diminution de la rigidité s'explique également en partie par l'angle des microfibrilles. Celui-ci étant plus important dans le bois de tension, la résistance mécanique de celui-ci aux sollicitations dans le plan transverse est diminuée, et augmentée dans la direction

longitudinale. Coutand *et al.* (2004) trouvent un module d'Young longitudinal du bois de tension trois fois supérieur à celui du bois normal.

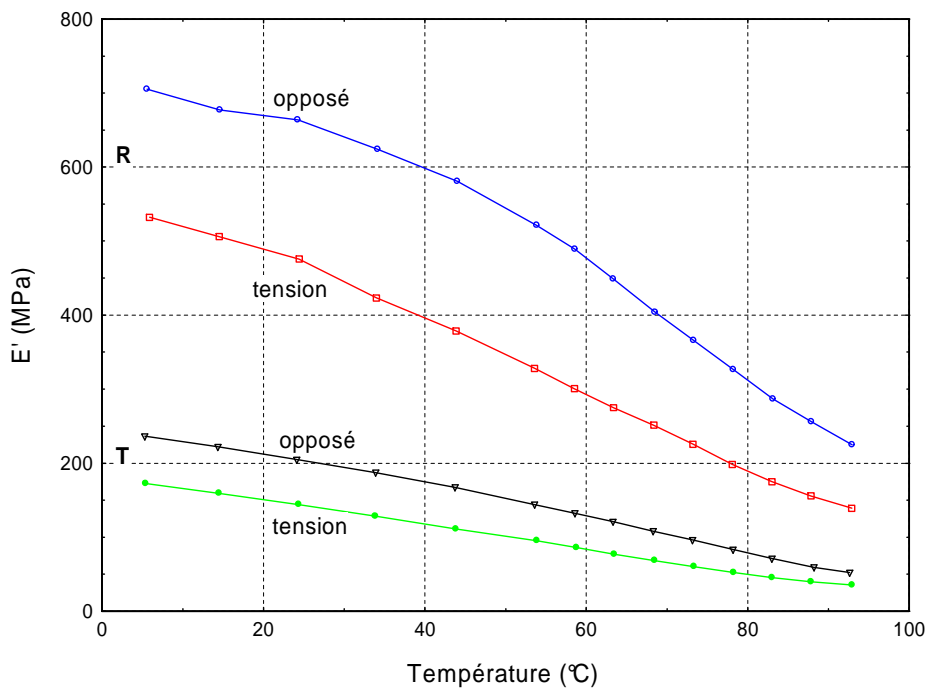


Figure IV- 41 : Evolution du module de stockage en fonction de la température, de la nature du bois et de la direction matérielle. Fréquence de sollicitation : 1Hz.

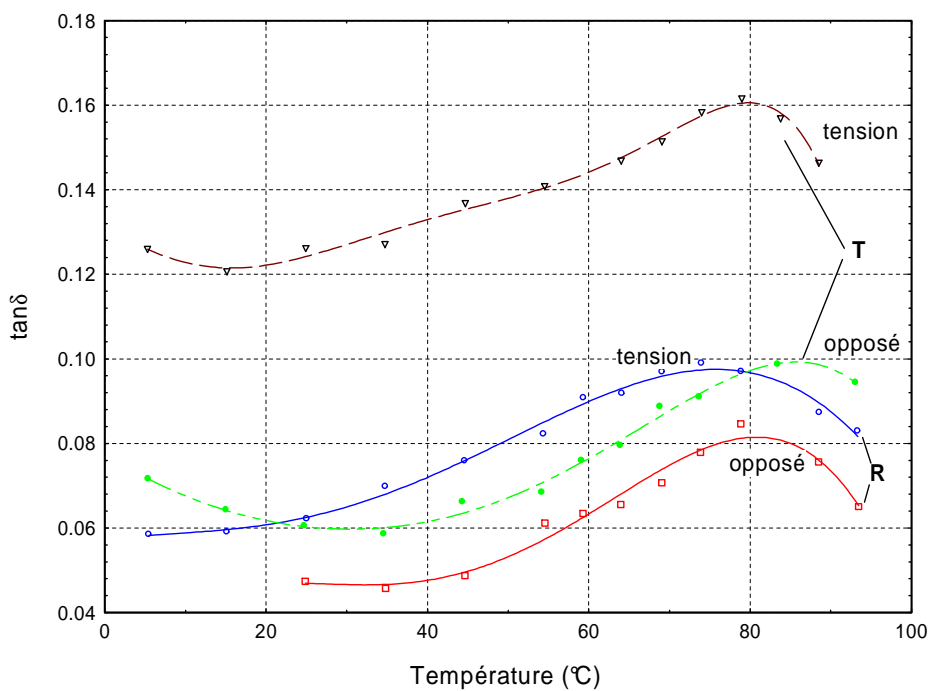


Figure IV- 42 : Evolution du facteur de perte en fonction de la température, de la nature du bois et de la direction matérielle. Fréquence de sollicitation : 0,1Hz.

La Figure IV- 42 présente l'évolution du facteur de perte en fonction de la température. Nous pouvons constater qu'indifféremment de la direction matérielle, le frottement interne est plus important dans le bois de tension et que la température de ramollissement de ce dernier est inférieure à celle du bois opposé. Pour les échantillons de la direction tangentielle, la température de ramollissement du bois opposé est d'environ 85°C contre 76°C pour celle du bois de tension. Pour la direction radiale, le bois opposé se ramollit vers 78°C contre 74°C pour le bois de tension.

Dans le cas du bois opposé, on relève le même comportement que pour les feuillus étudiés précédemment, avec un facteur de perte plus élevé et également une température de ramollissement plus forte dans la direction tangentielle. Pour le bois de tension, on observe des différences notables. Le frottement interne du bois de tension est particulièrement important dans la direction tangentielle. Dans la direction radiale, le mécanisme de relaxation est plus étalé que ce que l'on constate habituellement. Il est bon de remarquer que pour ce type de bois, la température de ramollissement déterminée à partir du sommet du pic de  $\tan\delta$  perd un peu de son sens étant donné le caractère aplati du pic.

D'après Pilate *et al.* (2004), le bois de tension contient la même quantité de lignine que le bois normal mais avec une répartition de celle-ci différente dans les parois des vaisseaux et des fibres et dans les couches constitutives de la paroi.

Le ratio des différents types de lignine serait également différent dans le bois de tension avec une augmentation du ratio S/G. Rappelons que la lignine est formée à partir d'unités monomères phénylpropane, liées ensemble en un réseau de polymère branché. Les unités S (syringyl) possèdent deux groupements méthoxyles, les unités G (guaiacyl) un seul, et les unités parahydroxyphénylpropane n'en possèdent pas. Les groupes libres comme les groupes méthoxyles ou les groupes hydroxyles phénoliques empêchent la réticulation, et rendent ainsi la structure plus flexible. Par contre, les unités Guaiacyl et parahydroxyphénylpropane forment aisément des structures condensées qui réduisent la mobilité moléculaire des lignines. L'augmentation du ratio S/G, c'est-à-dire l'augmentation de la teneur en groupe méthoxyles, devrait donc aboutir à un décalage de la température de ramollissement vers les basses températures (Figure IV- 43).

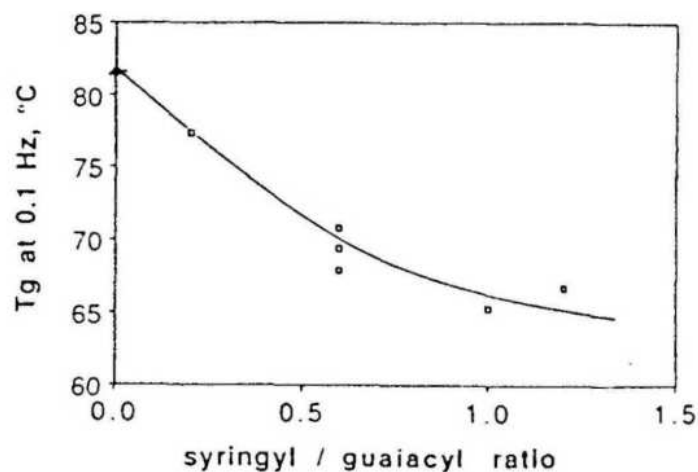


Figure IV- 43 : Evolution de la température de ramollissement du bois en onction du ratio S/G de la lignine (d'après Olsson & Salmen 1992)

Une analyse biochimique des lignines (bromure d'acétyle – mesures spectroscopie UV) réalisée par Brigitte Chabbert à l'INRA de Reims (Unité paroi végétale et matériaux fibreux), a révélé une teneur en lignine 6% plus faible dans le bois de tension que dans le bois opposé (Tableau IV- 6).

	<b>Bois de tension</b> (en % de paroi)	<b>Bois opposé</b> (en % de paroi)
<b>Lignines</b>	<b>13.4</b>	<b>19.3</b>
<b>Cellulose</b>	<b>66.4</b>	<b>45.25</b>
<b>Hémicelluloses</b>	<b>19.26</b>	<b>27.34</b>
Fucose	0.07	0.03
Arabinose	0.40	0.44
Rhamnose	0.30	0.39
Galactose	0.93	0.55
Xylose	15.50	21.76
Mannose	0.22	1.82
Acide Galacturonique	0.90	0.96
Acide Glucuronique	0.93	1.41

**Tableau IV- 6 : Comparaison de la composition biochimique du bois de tension et du bois normal opposé**

Seulement, nous ne pouvons pas raisonner uniquement en terme de proportion. En effet, nous avons vu que la quantité de cellulose augmente fortement dans le bois de tension (du fait de la présence de la couche G). La quantité de lignine peut donc être identique dans le bois de tension et dans le bois normal, avec une proportion de lignine qui apparaîtrait plus faible dans le cas du bois de tension. De plus, si la couche G est décollée du reste de la paroi, c'est le comportement des autres couches qui est prépondérant. Ces couches seraient alors enrichies en lignines, et présenteraient un fort ratio S/G. L'ensemble de ces éléments conduisant à la diminution de la température de ramollissement. C'est ainsi, que malgré la diminution apparente en teneur de lignine dans le bois de tension testé, nous enregistrons un abaissement de la température de relaxation des lignines.

Bien sûr, la connaissance de la teneur en lignine est insuffisante. Pour confirmer cette hypothèse, il faudrait connaître la quantité et le type de lignine, et ce dans chaque couche de la paroi cellulaire !

Une analyse des sucres a également été menée sur ces échantillons (hydrolyse H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> – HPLC - analyse Dionex, détails sur la méthode dans Beaugrand *et al.*, 2004). On constate que le bois de tension possède une teneur en cellulose supérieure de plus de 30% à celle du bois opposé, conformément à la littérature.

En tangentielle, pour le bois de tension comme pour le bois opposé, un second pic de ramollissement s'esquisse vers les basses températures, correspondant sans doute à la relaxation des hémicelluloses.

Le bois résultant de cet arbre est du bois juvénile. Or d'après Lenth & Kamke (2001), la température de ramollissement du bois juvénile est inférieure à celle du bois mature. Il faut donc bien noter que les températures de ramollissement du Peuplier données dans ce mémoire correspondent à du bois juvénile.

## 2.2.2. Bois de compression de l'Épicéa

### 2.2.2.1. Matériel végétal et échantillonnage

L'épicéa (*Picea abies* ou *Picea excelsa* Link) est un résineux appartenant à la famille des Pinacées, extrêmement courant en Europe. L'aubier non différencié est d'une couleur blanc crème lustrée. Le passage du bois initial au bois final est très progressif. Les canaux résinifères sont normalement peu nombreux et très petits, et sont situés essentiellement dans la zone de transition entre le bois initial et le bois final. Ses utilisations sont nombreuses : charpente, bardage, menuiserie intérieure, boîtes à fromage, instruments de musique, pâte à papier...

L'arbre sur lequel l'échantillonnage a été réalisé provient d'une forêt de la région nancéienne. Un billon, d'environ 35 cm de diamètre a été prélevé hors empattement. Comme le montre la Figure IV- 44, l'arbre présente un cœur excentré avec un croissant de bois de compression assez conséquent.

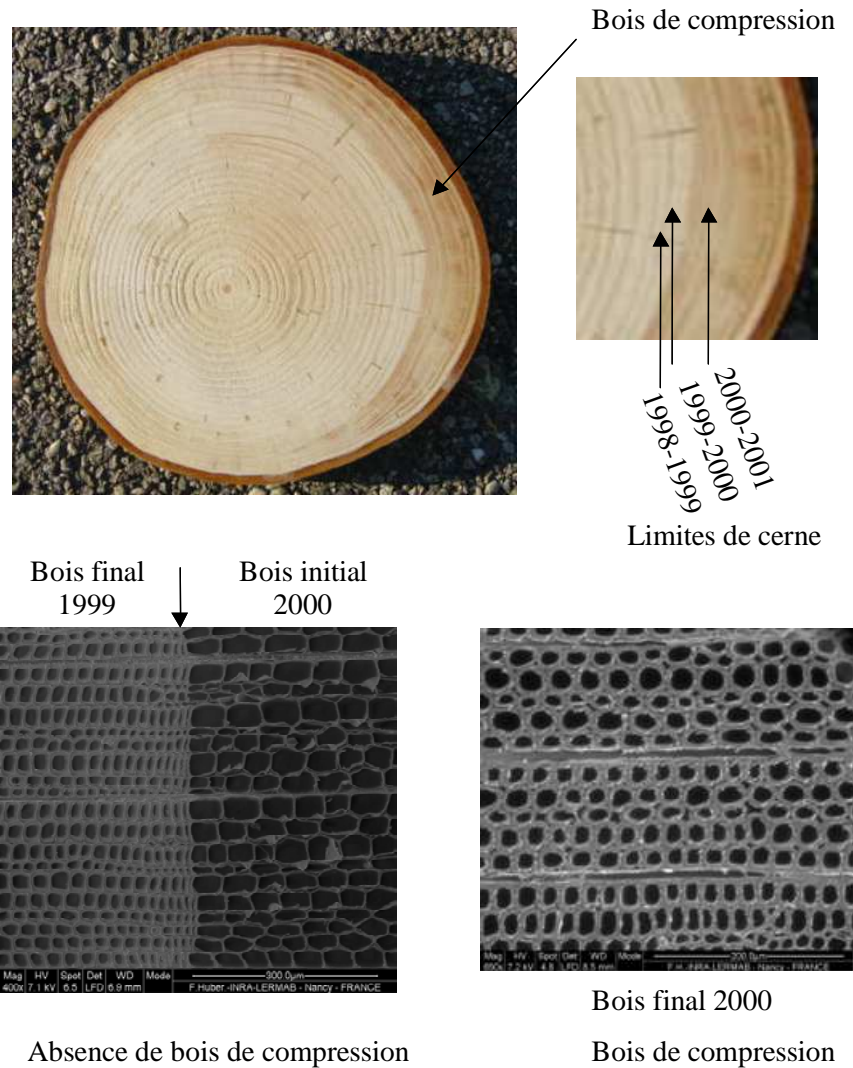


Figure IV- 44 : Photos et coupes microscopiques du bois d'Épicéa

Les caractéristiques du bois de compression sont différentes de celle du bois de réaction des feuillus, hormis le cœur excentré. Le bois de compression est plus coloré que le bois normal (« bois rouge des résineux »), la part de bois final semble ainsi plus importante, les cernes d'accroissement plus larges.

Sur l'arbre sélectionné pour l'échantillonnage, le bois de compression apparaît principalement à partir du bois final de l'année 2000. On peut néanmoins en trouver un peu localement avant cette date. Un examen visuel a également révélé la présence de nombreuses poches de résines et de microfissures, résultant certainement d'un traumatisme important. L'ensemble de ces indices permet de formuler un scénario possible de la vie de cet arbre. L'arbre, certainement légèrement penché depuis le début de sa vie a développé un peu de bois de compression. Par la suite, il a dû être fortement bousculé par la tempête de 1999. Cet événement expliquerait l'abondance des poches de résines traumatiques, des microfissures et d'un fort croissant de bois de compression à partir de l'année ayant suivi la tempête de 1999.

Au niveau anatomique, un certain nombre de caractéristiques permettent de repérer le bois de compression. Comme le montre la Figure IV- 44, les trachéides, plus courtes, ont une section arrondie, des méats intercellulaires sont apparents. La composition de la paroi cellulaire diffère également de celle du bois normal. La couche  $S_3$  disparaît pour laisser place à une couche  $S_2$  plus épaisse. Les microfibrilles de cellulose de la couche  $S_2$  forment un angle de l'ordre de  $45^\circ$  par rapport à l'axe de la cellule, au lieu de  $5$  à  $30^\circ$  dans le bois normal. L'angle de cette spirale est tout à fait évident à cause de la présence de fentes en hélice qui suivent l'angle des microfibrilles.

Il existe aussi des différences fortes entre la composition chimique du bois de compression et celle du bois normal. La teneur en lignine est plus élevée dans le bois de compression, la teneur en cellulose moins importante, la teneur en galactose augmentée. La couche  $S_2$ , plus épaisse que dans le bois normal, possède moins de cellulose (avec un faible degré de cristallinité). La lignine y est abondante. Sa densité est plus importante que celle du bois normal (due à sa forte épaisseur de paroi).

Ainsi, nous avons pu réaliser un échantillonnage intéressant dans cet arbre, en y prélevant du bois de compression et du bois que l'on peut considérer comme normal, puisque ayant été mis en place avant que l'arbre ne développe du bois de compression (Figure IV- 45). Là encore, un vocabulaire particulier est utilisé pour caractériser le type de bois testé. Dans la direction tangentielle, des échantillons ont été prélevés dans le bois de compression et dans une zone de bois normal (bois développé avant l'apparition du croissant de bois de compression). Une analyse microscopique a permis de vérifier l'absence de bois de compression dans ces éprouvettes.

La faible largeur de la zone de bois de compression ne permettait pas de prélever des échantillons de bois de compression dans la direction radiale. En direction radiale, des échantillons de bois normal et des échantillons de bois opposé ont été testés.

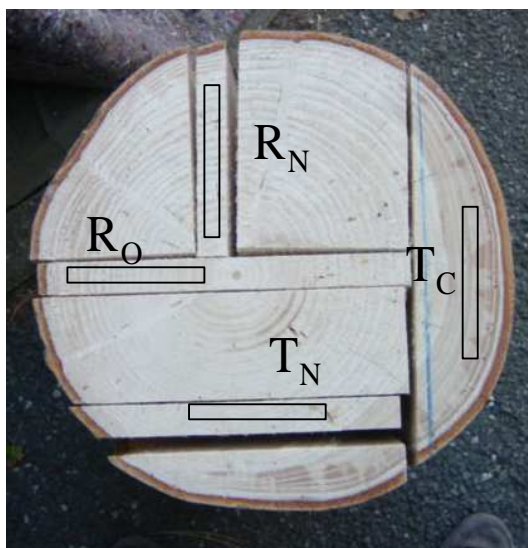


Figure IV- 45 : Descriptif de l'échantillonnage de l'Épicéa

Pour des raisons de simplicité d'écriture, nous avons adopté la nomenclature suivante :

**R<sub>N</sub>** pour un échantillon de bois normal prélevé dans la direction radiale,

**R<sub>O</sub>** pour un échantillon de bois opposé prélevé dans la direction radiale,

**T<sub>C</sub>** pour un échantillon de bois de compression prélevé dans la direction tangentielle,

**T<sub>N</sub>** pour un échantillon de bois normal prélevé dans la direction tangentielle.

#### 2.2.2.2. Résultats et discussions

Une analyse biochimique (INRA Reims, Unité paroi végétale et matériaux fibreux) des échantillons prélevés sur cet arbre a confirmé les tendances générales du bois de compression (Tableau IV- 7). Le bois de compression présente une teneur en lignine plus importante, une teneur en cellulose plus faible, et un taux de galactose plus élevé que le bois normal.

		Bois de compression (en % de paroi)	Bois normal (en % de paroi)
<b>Lignines</b>		<b>40.8</b>	<b>33.7</b>
<b>Cellulose</b>	<b>Glucose</b>	<b>30.99</b>	<b>42.67</b>
<b>Hémicelluloses</b>		<b>24.22</b>	<b>22.32</b>
	<b>Fucose</b>	0.06	0.04
	<b>Arabinose</b>	0.94	1.26
	<b>Rhamnose</b>	0.16	0.11
	<b>Galactose</b>	10.03	1.72
	<b>Xylose</b>	5.60	5.32
	<b>Mannose</b>	5.68	11.91
	<b>Acide Galacturonique</b>	0.85	1.01
	<b>Acide Glucuronique</b>	0.89	0.95

Tableau IV- 7 : Comparaison de la composition biochimique du bois de compression et du bois normal



Les propriétés viscoélastiques des différents échantillons prélevés sur cet arbre ont été testées. Les mesures de module de stockage, module de perte et facteur de perte en fonction de la température et de la fréquence pour les différents types de bois testés figurent en Annexe VIII.

Le Tableau IV- 8 précise le nombre d'échantillons testés pour chaque type de bois, ainsi que la moyenne de l'infradensité et du module de stockage mesurés pour l'ensemble de ces échantillons.

L'infradensité du bois de compression est près de deux fois plus importante que celle du bois normal (Tableau IV- 8). Les propriétés mécaniques de ce bois sont par conséquent largement plus importantes. En moyenne, le module de stockage mesuré à une fréquence de sollicitation de 1 Hz et à une température de 20°C dans la direction tangentielle est 5 fois plus grand que celui du bois normal. En direction radiale, les différences d'infradensité et de module entre le bois normal et le bois opposé sont minimales.

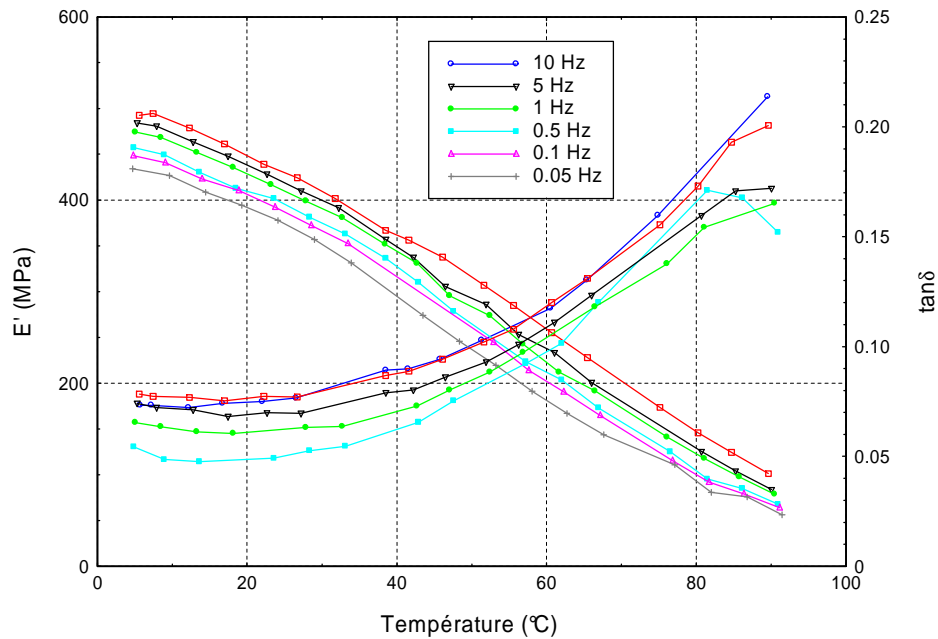
Direction	Nb échantillons testés	Infradensité (kg.m <sup>-3</sup> )	E' (MPa) 20°C, 1 Hz
R <sub>N</sub>	5	290 (287...309)	213 (185...245)
R <sub>O</sub>	2	274(269,278)	205 (180, 229)
T <sub>C</sub>	10	520 (502...549)	447 (418...485)
T <sub>N</sub>	10	290 (282...297)	84 (81...87)

**Tableau IV- 8 : Evolution du module de stockage, fréquence 1Hz**

Gindl (2002) a montré l'influence des caractéristiques cellulaires du bois sur le module d'Young dans des essais de compression et de tension longitudinale. L'influence de l'angle des microfibrilles est dominante ; plus l'angle est élevé plus le module d'Young est faible. Il montre que dans le bois de compression cet effet est contrecarré par l'augmentation de la densité et de la teneur en lignine. Ainsi, il n'enregistre pas de différence entre le bois de compression et le bois normal au niveau du module d'Young.

Dans notre cas, les essais sont réalisés dans le plan transverse. L'augmentation de l'angle des microfibrilles vient s'ajouter à l'augmentation de la teneur en lignine, le tout tendant à accroître le module de stockage du bois.

La Figure IV- 46 montre que la température de ramollissement du bois due à la relaxation des lignines ne peut être déterminée sur cette plage thermo-temporelle. Pour des fréquences de sollicitation supérieures à 0.05 Hz, nous découvrons qu'une partie du pic de ramollissement sur la plage de température 5-95°C.



**Figure IV- 46 : Evolution du module de stockage et du facteur de perte en fonction de la température et de la fréquence. Bois d'Épicéa, bois de compression, direction tangentielle.**

Ces résultats sont cohérents avec ceux d'Olsson et Salmén (1992) qui trouvent une température de ramollissement comprise entre 83°C et 103°C pour des résineux sollicités entre 0.05 et 20 Hz (Figure IV- 47).

Frequency Hz	Softening Temperature, $T_g$ , °C				
	Aspen	Birch	Pine	Spruce	Spruce Crosslinked
0.05	—	—	—	83	—
0.1	64	—	—	—	—
0.5	—	—	92.5	88.5	113
0.6	68	70	—	—	—
2.0	—	75	—	—	—
4.0	73.5	—	—	—	—
5.0	—	—	99	96	120.5
6.0	—	80	—	—	—
20	82	85	103	100	124

**Figure IV- 47 : Températures de ramollissement à plusieurs fréquences de sollicitation pour diverses essences de bois d'après Olsson et Salmén (1992)**

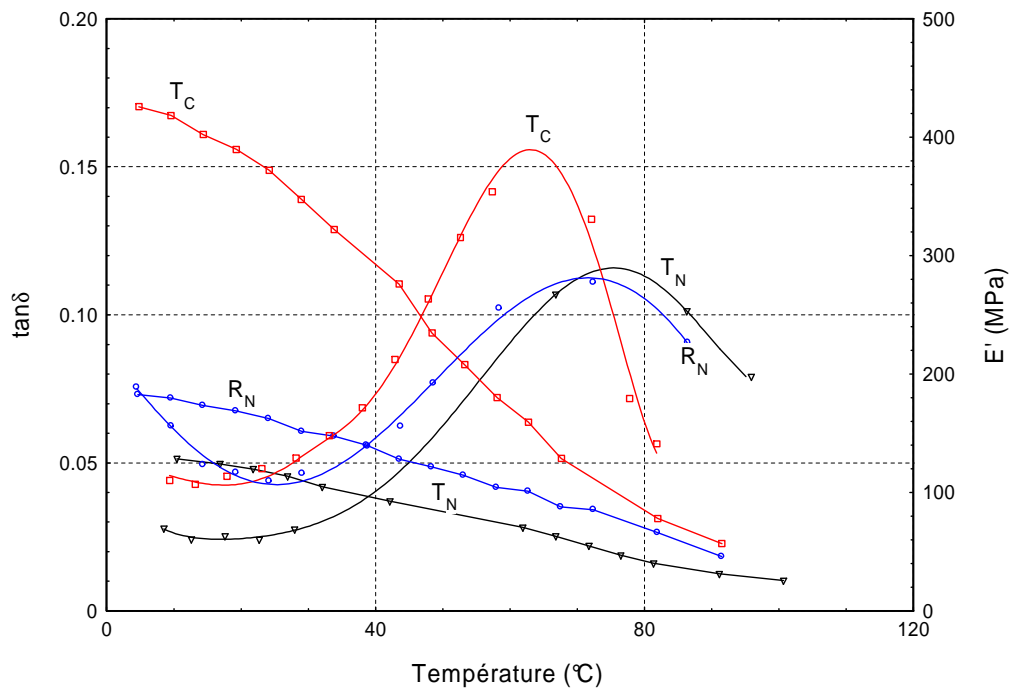
Le ramollissement des résineux apparaît donc pour des températures plus élevées que pour les feuillus. Chez les résineux, les lignines sont fortement réticulées et requièrent ainsi davantage d'énergie pour assurer la mobilité moléculaire lors de la transition vitreuse. Olsson et Salmén

montrent clairement que l'énergie nécessaire à l'activation de la relaxation des lignines est plus importante pour les résineux que pour les feuillus (Figure IV- 48).

	Aspen	Birch	Pine	Spruce	Spruce Cross- linked
$\Delta H_{a(Arrh.)}$ (kJ/mol)	290	240	400	380	420
$\Delta H_{a(WLF)}$ (kJ/mol)	330	360	440	390	460
$T_{ref}$ (°C)	50	62	66	71	90

**Figure IV- 48 : Energie d'activation du processus de ramollissement pour plusieurs essences de bois d'après Olsson et Salmén (1992)**

Ainsi, afin de visualiser l'intégralité du pic de ramollissement, nous avons effectué des essais à très basse fréquence (quelques mHz). Les résultats sont représentés sur la Figure IV- 49. Les essais à très basse fréquence sont extrêmement longs (au moins 24 heures pour des essais de 5 à 95°C avec paliers tous les 5°C). Les périodes des signaux sinusoïdaux durent plusieurs minutes, et sont ainsi fortement exposés au bruit extérieur. Pour ces raisons de durée, il est très difficile de recommencer des mesures lorsque celles-ci sont perturbées par un bruit extérieur. Nous avons effectué de nombreux essais sur ces échantillons afin de pouvoir extraire des courbes permettant de déterminer la température de ramollissement.



**Figure IV- 49 : Evolution du module de stockage et du facteur de perte pour une fréquence de sollicitation de 5 mHz**

D'après la Figure IV- 49, la température de ramollissement du bois normal apparaît vers 70°C dans la direction radiale et 75°C dans la direction tangentielle. Pour le bois de compression en direction tangentielle, on trouve une température de ramollissement inférieure, aux environs de 61°C. Cette dernière est proche de celle trouvée pour les feuillus. L'influence du type de bois et en particulier de la teneur et de la nature des lignines est flagrante.

Nos résultats ne sont pas identiques à ceux trouvés par Salmén. Il précise dans ses travaux que la température de ramollissement du bois de compression des résineux apparaît à des températures supérieures à celles du bois normal. En effet, le bois de compression est riche en unités parahydroxyphénylpropane. Ces unités ne présentent pas de groupes méthoxyles, le réseau macromoléculaire est donc fortement réticulé. Là encore il est indispensable de connaître la structure des lignines pour interpréter correctement les résultats.

### **2.3. Bilan et discussions**

Au cours des paragraphes précédents, nous avons présenté les résultats obtenus pour diverses essences de feuillus : chêne, hêtre, peuplier et pour un résineux : l'Epicéa. Nous proposons dans le paragraphe suivant d'effectuer une comparaison et un bilan de l'ensemble des valeurs des propriétés viscoélastiques récoltées.

#### **2.3.1. Synthèse des résultats majeurs**

Pour chaque essence considérée, le module de stockage décroît avec la température, et il est systématiquement plus faible dans la direction tangentielle que dans la direction radiale. On note également de fortes différences entre les espèces ; le module de stockage d'un bois d'Epicéa dans la direction radiale est environ trois fois plus faible que celui d'un bois de Hêtre. Cette différence est à mettre en parallèle avec les variations à l'intérieur d'une même espèce. En effet, nous avons présenté les résultats pour des échantillons « jumeaux » prélevés sur une même génératrice au niveau des mêmes cernes d'accroissement. Des mesures sur différents arbres d'une même espèce ou bien sur un même arbre mais pour des échantillons prélevés sur des génératrices différentes ont montré des différences notables. Pour du chêne en direction radiale, les résultats présentés donnent une valeur moyenne du module de stockage de 645 MPa à une température de 20°C et une fréquence de sollicitation de 1 Hz (Tableau IV- 9). Des essais menés sur des échantillons d'un autre arbre, où les cernes d'accroissement étaient beaucoup plus étroits, ont abouti à une valeur supérieure à 1000 MPa. De même, pour l'Epicéa, en fonction de la provenance de l'arbre et en particulier de la largeur de cerne et de son infradensité, des variations de rigidité du même ordre de grandeur que pour le chêne peuvent être enregistrés.

	E' (1 Hz, 5°C)	E' (1 Hz, 90°C)	ratio	Diminution (%)
Chêne, R	630	187	3.37	-70%
Chêne, T	454	84	5.40	-81%
Hêtre, R	792	236	3.36	-70%
Hêtre, T	529	115	4.60	-78%
Peuplier, R <sub>T</sub>	532	147	3.62	-72%
Peuplier, R <sub>O</sub>	705	240	2.94	-66%
Peuplier, T <sub>T</sub>	172	38	4.53	-78%
Peuplier, T <sub>O</sub>	236	56	4.21	-76%
Epicéa, R <sub>N</sub>	201	56	3.59	-72%
Epicéa, T <sub>C</sub>	484	84	5.76	-83%
Epicéa, T <sub>N</sub>	94	20	4.70	-79%

**Tableau IV- 9 : Ratio  $E'(5^{\circ}\text{C})/E'(90^{\circ}\text{C})$  pour les diverses essences, types de bois et directions matérielles testées à une fréquence de sollicitation de 1Hz**

Quelle que soit l'essence et le type de bois, nous pouvons observer une diminution du module de stockage de l'ordre de 70% entre 5°C et 95°C pour les échantillons prélevés dans la direction radiale, contre une diminution proche de 80% pour les échantillons issus de la direction tangentielle (Tableau IV- 9).

Le Tableau IV- 10 proposent un bilan des caractéristiques du frottement interne et de la rigidité du bois en fonction de la direction matérielle et de l'essence. Le ramollissement apparaît pour des températures plus élevées en tangentielle qu'en radiale, quelle que soit l'essence et le type de bois considéré.

Ces résultats montrent la nécessité d'étendre la plage de mesure en température au-delà de 100°C de manière à pouvoir visualiser l'intégralité des mécanismes de relaxation des échantillons de bois de résineux ainsi que des échantillons prélevés dans la direction tangentielle.

En ce qui concerne les mesures à très basse fréquence, nous avons constaté sur l'Epicéa qu'elles permettent de découvrir le mécanisme de ramollissement du bois dans son intégralité. Cependant la durée et la difficulté de réalisation de ces essais tendent à privilégier une extension de la plage de température plus que l'allongement de la plage des temps de sollicitation.

Essence	Chêne		Hêtre		Epicéa				Peuplier			
	R	T	R	T	R <sub>N</sub>	R <sub>O</sub>	T <sub>C</sub>	T <sub>N</sub>	R <sub>O</sub>	R <sub>T</sub>	T <sub>O</sub>	T <sub>T</sub>
Nb échantillons testé	3	3	5	4	5	2	10	10	1	1	3	3
E' (20°C, 1Hz) (MPa)	<b>645</b> (600...728)	<b>457</b> (420...528)	<b>674</b> (583...779)	<b>491</b> (472...504)	<b>213</b> (185...245)	<b>205</b> (180, 229)	<b>447</b> (418...485)	<b>84</b> (81...87)	<b>680</b>	<b>495</b>	<b>242</b> (210...275)	<b>146</b> (139...153)
ratio E' <sub>R</sub> /E' <sub>T</sub>		1.41		1.37				2.54			2.81	3.39
Tg												
10 Hz	85											
5 Hz	83									85		
1 Hz	78	85	83							81		
0.5 Hz	76	83	81	85						79		
0.1 Hz	73	78	76	81					78	74	85	76
0.05 Hz	70	75	74	77								
0.01 Hz	64											
0.005 Hz	62				70		61	75				

**Tableau IV- 10 : Synthèse des propriétés viscoélastiques de 4 essences courantes de bois tempéré**

L'ensemble des données collectées au cours des diverses campagnes d'essais permet de tirer les conclusions suivantes :

- *La température de ramollissement, due à la relaxation des lignines, apparaît à des températures plus faibles pour les feuillus que pour les résineux.*
- *La température de ramollissement du bois de tension de Peuplier est légèrement plus faible que celle du bois normal (dans le cas du bois juvénile).*
- *La température de ramollissement du bois de compression de l'Epicéa est inférieure à celle du bois normal.*
- *Pour une même essence, et pour du bois normal, le facteur de perte et la température de ramollissement sont plus faibles dans la direction radiale que dans la direction tangentielle.*

### **2.3.2. Interprétation des résultats : l'influence des structures anatomique et biochimique**

Le comportement viscoélastique du bois a déjà été interprété dans de nombreux travaux (Olsson et Salmén 1992, Birkinshaw 1993, Morsing 2000, Backman et Lindberg 2001).

Il en ressort clairement que la réponse du bois massif dépend :

- des interactions entre les composants de la paroi cellulaire,
- de la nature et de la structure des composants.

Pour le bois humide, l'interaction entre les composants est faible, et nous avons pu constater que le comportement du bois dans une plage de température de 0°C à 100°C est principalement gouverné par les propriétés des lignines. Le ramollissement et les mouvements

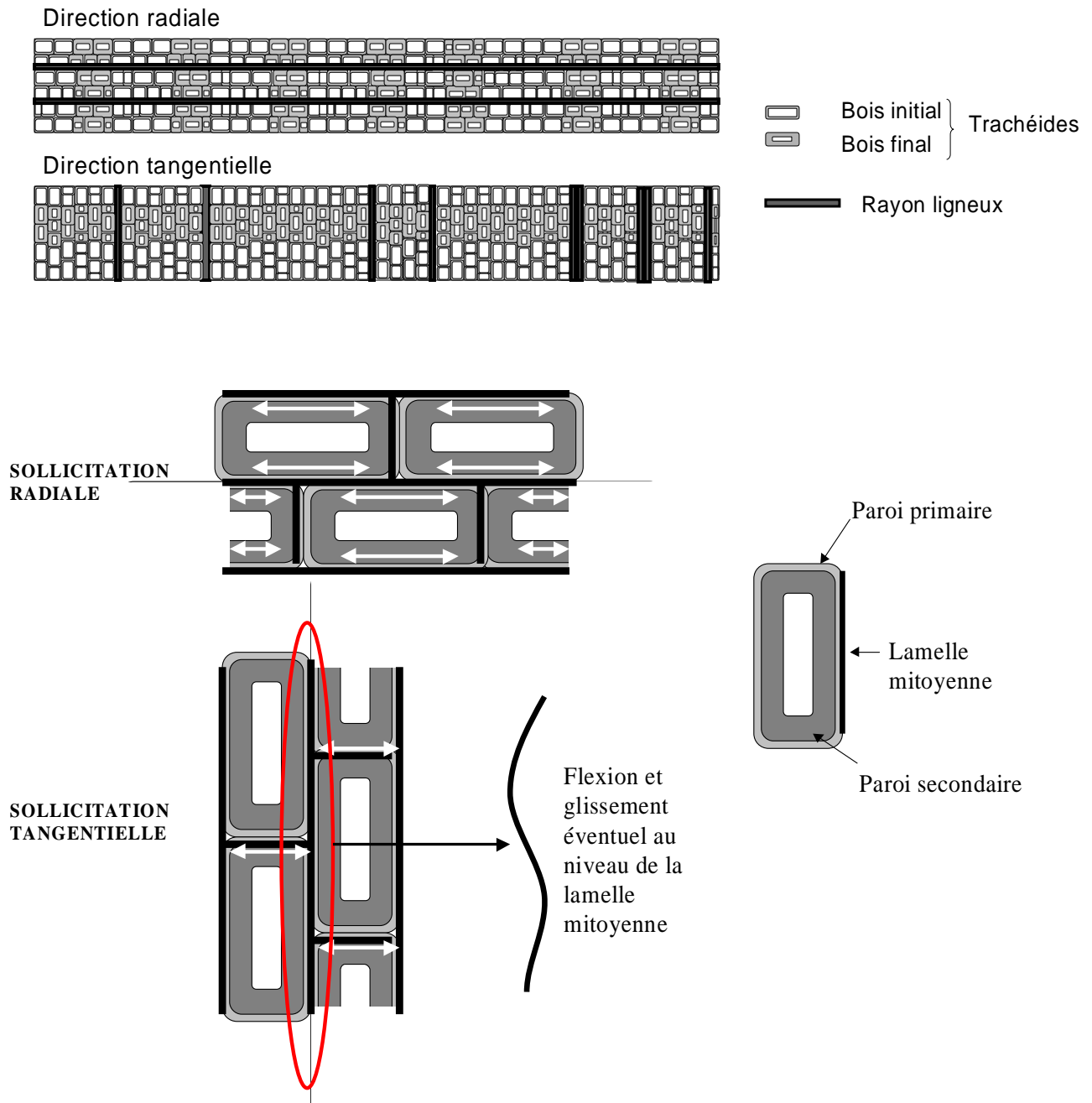
moléculaires sont limités par la complexité structurale et les possibilités de liaisons intermoléculaires fortes. En effet, la réticulation des polymères de haut poids moléculaire comme la lignine tend à rigidifier le réseau macromoléculaire ; la mobilité des chaînes s'en trouve réduite. Le fait que la lignine est un polymère branché favorise également cette rigidification du réseau mais n'empêche pas la mobilité des molécules lorsque celles-ci perçoivent suffisamment d'énergie pour être rompu. Le rôle de l'eau est fondamental dans la réponse du bois. Le remplacement des liaisons hydrogènes entre lignines par des liaisons hydrogènes entre les lignines et les molécules d'eau permet de plastifier le bois et ainsi de faciliter les mouvements de reptation moléculaire lorsque l'énergie d'activation est suffisante. Plus le nombre de groupements méthoxyles ou hydroxyles libres pouvant former des liaisons faibles avec des molécules d'eau est grand, plus les mouvements moléculaires peuvent être importants.

Ces éléments concernant la structure des lignines permettent de comprendre aisément les différences enregistrées entre les diverses essences et types de bois. Par exemple, les lignines des résineux étant plus réticulées que les lignines des feuillus, l'énergie d'activation nécessaire aux mouvements moléculaires est plus importante d'où une température de ramollissement plus élevée.

Par contre, les différences observées entre les directions radiale et tangentielle ne peuvent certainement pas être expliquées intégralement par ces considérations biochimiques, l'organisation structurale des cellules du plan ligneux paraît être primordiale.

Dans la direction radiale, la faible valeur de frottement interne indique que moins de matière est mise en mouvement que dans la direction tangentielle. Dans la direction tangentielle, davantage de liaisons doivent être activées ou du moins des liaisons permettant des mouvements moléculaires plus importants. Le décalage entre les pics relate que les liaisons activées par la température à ce niveau sont différentes pour les échantillons radiaux et tangentiels. L'ensemble de ces éléments conduit à formuler l'hypothèse suivante.

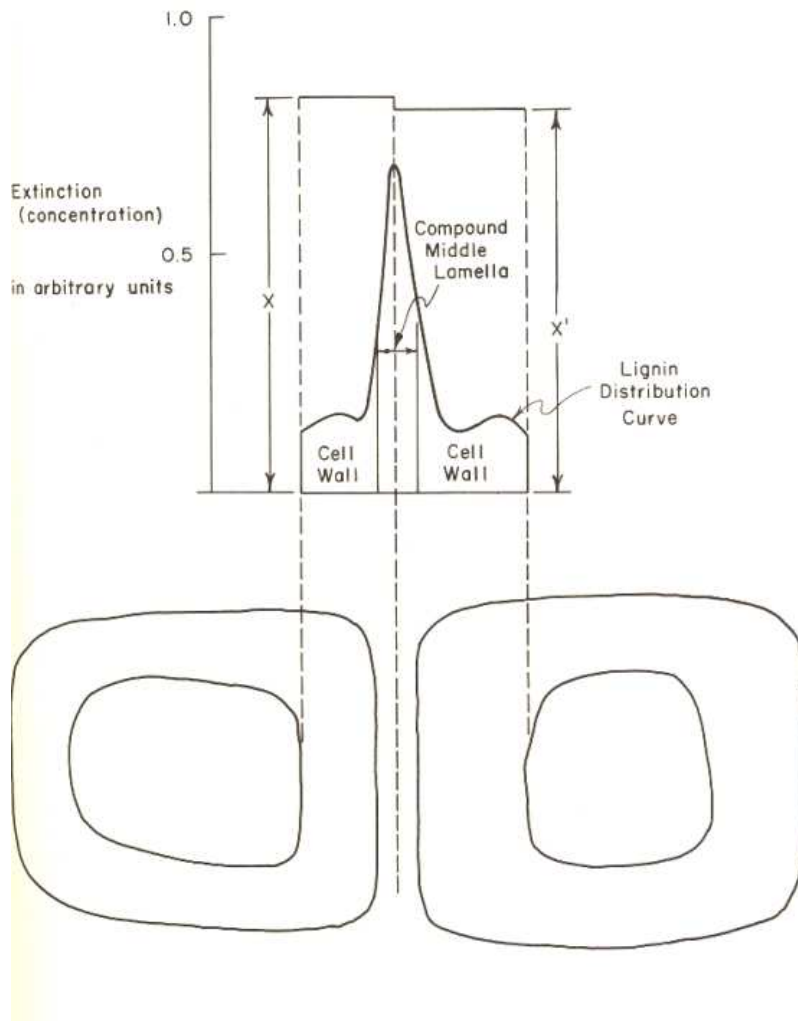
Dans la direction radiale, le comportement rhéologique global du bois serait principalement gouverné par les rayons ligneux et par les rangées de cellules préférentiellement alignées dans la même direction (générées par la même cellule du cambium). Dans les essais de flexion, ces éléments travaillent en traction et compression. Dans la direction tangentielle, les rayons ligneux, perpendiculaires à l'axe de sollicitation constituent des points de faiblesse. L'empilement des cellules est plutôt aléatoire, celles-ci sont plus ou moins en quinconce. En sollicitation tangentielle, le réseau cellulaire est moins rigide, les parois cellulaires travaillent cette fois-ci en flexion, et un glissement au niveau de la lamelle mitoyenne de deux cellules voisines peut apparaître (Perré et Keller, 1994). Le schéma de la Figure IV- 50 illustre cette hypothèse dans le cas du plan ligneux des résineux.



**Figure IV- 50 : Représentation schématique de l'organisation des différents éléments anatomiques d'un résineux en fonction de la direction matérielle**

Ainsi, en direction radiale, la couche S2 de la paroi cellulaire des rayons ligneux serait essentiellement sollicitée, alors qu'en tangentielle il s'agirait davantage de la lamelle mitoyenne des cellules. Or il est bien connu que la lamelle mitoyenne est très riche en lignine (Figure IV- 51). Cet élément pourrait expliquer le fait que le niveau du facteur de perte soit plus élevé en tangential ; un nombre plus important de liaisons serait activé au niveau de la température de ramollissement.





**Figure IV- 51 : Courbe de distribution de la lignine dans les trachéides d’Epicéa d’après Richard E.Mark dans « Cell Wall Mechanics of Tracheids » 1967.**

Pour ce qui est du décalage du ramollissement vers les hautes températures pour la direction tangentielle, une explication pourrait résider dans la nature des lignines composant les différentes couches de la paroi cellulaire. Si la teneur en groupe méthoxyl dans la paroi des éléments anatomiques sollicités en radiale est supérieure à celle des parois sollicitées en tangentielle, le décalage vers les hautes températures est cohérent.

## **Conclusion**

La mesure des propriétés viscoélastiques du bois en fonction de la température et du temps de sollicitation nous a apporté un certain nombre d'enseignements intéressants. L'influence de l'essence, de l'organisation du plan ligneux, de la direction matérielle, du type de bois, de la composition chimique a clairement été mise en évidence.

Voici les informations majeures issues des campagnes de mesures. Certaines tendances ont déjà été relevées dans la bibliographie. Nos conclusions viennent confirmer ces tendances ou quelquefois les nuancer et les discuter, d'autres éléments sont tout à fait nouveaux.

Pour le bois saturé en eau, le ramollissement principal dû à la relaxation des lignines apparaît dans une plage de température de 50 à 100°C.

La température de ramollissement des résineux est supérieure à celle des feuillus. L'écart d'une trentaine de degrés classiquement acceptée (60°C pour les feuillus contre 90°C pour les résineux) paraît être un peu élevé. Cette différence est due en grande partie à la teneur et à la structure des lignines. Lorsque la teneur en groupes méthoxyles du bois augmente, la flexibilité du réseau macromoléculaire est accrue et la température de ramollissement abaissée.

La réponse du bois dans les essais harmoniques diffère selon la direction matérielle. Le bois de la direction radiale présente des propriétés de rigidité plus importantes et un frottement interne inférieur à celui du bois de la direction tangentielle. Pour du bois normal, la température de ramollissement est inférieure de quelques degrés dans la direction radiale. Ces différences sont en partie reliées aux variations de l'organisation structurale du bois.

Un éclairage nouveau est également apporté sur le principe d'équivalence temps-température. L'ensemble des mesures réalisées coïncident pour dire que l'équivalence temps-température n'est valable pour le bois qu'au niveau des zones de ramollissement. A ce niveau, le comportement du polymère relaxé est prépondérant sur l'ensemble des autres polymères constitutifs. Les propriétés viscoélastiques du bois saturé en eau suivent également un comportement de type WLF. Ce comportement n'est valable que sur une plage de température limitée à une trentaine de degrés.

Il est également intéressant de noter que la rigidité du bois peut chuter sans problème d'un facteur 10 entre 5 et 95°C. Cette information peut être utile dans les procédés de transformation et doit également être prise en compte dans les essais de caractérisation, et en particulier au niveau des appareils de mesure. La force appliquée dans les hautes températures pour obtenir un déplacement de l'ordre de celui appliqué au niveau des faibles températures peut descendre jusqu'à quelques dixièmes de Newton. Ce type de mesure nécessite un capteur de force extrêmement performant sur une plage relativement large.

Enfin, nous pouvons dire que les plages de températures (5 à 95°C) et de fréquence (5 mHz à 10 Hz) utilisées au cours des campagnes de mesures présentées dans ce chapitre IV ont montré leurs limites. Que cela soit pour la direction tangentielle du bois de certains feuillus ou

pour les résineux, il est nécessaire d'utiliser une fenêtre temporelle extrêmement large pour visualiser correctement la transition des lignines sur cette plage de température. Les essais réalisés à très basse fréquence permettent en effet de découvrir l'intégralité des mécanismes de relaxation des lignines mais sont gourmands en temps. Et bien évidemment, s'ajoute inévitablement à ces temps d'essais longs, une dégradation thermique non négligeable du bois à partir de 80°C (Cf. Chap. V).

Ainsi, nous avons mis au point un dispositif similaire à celui utilisé jusqu'à maintenant possédant une chambre d'essai permettant de réaliser des mesures jusqu'à plus de 130°C. Le chapitre suivant est dédié à la description de cet appareil ainsi qu'à la synthèse des mesures résultant de son exploitation.

**Chapitre V : Etude de l'activation et de la dégradation  
thermiques du bois vert jusqu'à 135°C**



## **Introduction**

La caractérisation des propriétés viscoélastiques du bois au-dessus de 100°C dans des conditions de saturation en eau nécessite de fonctionner sous pression. La plupart des données disponibles dans la littérature dans ces conditions de température et de teneur en eau ont été récoltées grâce à des essais de fluage en autoclave. La réalisation des essais harmoniques dans ces conditions hygro-thermiques apparaît plus périlleuse du fait de l'instrumentation qu'il est nécessaire d'embrancher dans l'enceinte pressurisée. Cependant les résultats obtenus dans le chapitre précédent ont vivement éveillé notre curiosité quant à l'évolution des propriétés viscoélastiques au-delà de 100°C. Ainsi, malgré les difficultés apparentes d'instrumentation, un second banc d'essai équipé d'une chambre climatique pressurisée très performante a été développé. Cette dernière permet de solliciter des échantillons dans l'eau liquide jusqu'à des températures avoisinant 140°C.

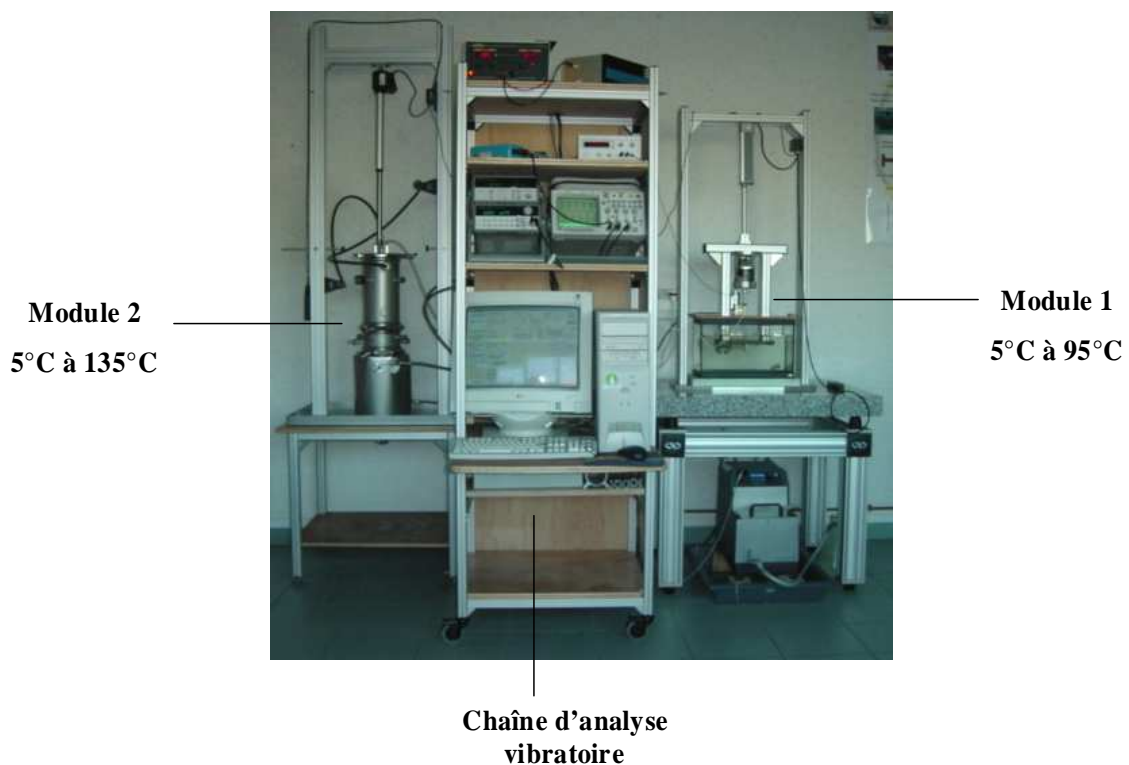
Le présent chapitre consacre une première partie à la description de ce banc d'essai, au principe de fonctionnement et aux performances de la chambre climatique.

Le deuxième volet de ce chapitre est dédié aux résultats issus de l'exploitation du banc d'essai. Une synthèse des propriétés viscoélastiques de plusieurs essences de bois (Chêne, Sapin, Epicéa) dans une plage de température s'étendant de 5 à 135°C est réalisée. Nous avons pris soin de distinguer les deux directions du plan transverse. Des essais de caractérisation du bois en-dessous de 0°C viennent compléter cette étude.

Enfin, un dernier paragraphe est consacré aux effets de la dégradation thermique effective à ce niveau de température pour du bois saturé en eau. Le lecteur pourra suivre l'évolution des propriétés viscoélastiques du Chêne et de l'Epicéa lors de traitements thermiques à différents niveaux de température. Ce paragraphe est accompagné d'une analyse microscopique et biochimique des échantillons soumis au traitement thermique.

## 1. Développement d'un module pressurisé pour des mesures jusqu'à 135°C

Le banc d'essai décrit et exploité dans les chapitres précédents permet de réaliser des mesures en milieu aqueux en dessous de 100°C. En effet, au-delà de 100°C et à pression atmosphérique, l'eau entre en ébullition, il est alors impossible de dépasser ce niveau de température dans de l'eau liquide. Cependant, la réalisation de mesures au-delà de cette barrière est un enjeu crucial dans notre étude. Ainsi, la technologie décrite et utilisée précédemment a été dupliquée et adaptée pour des mesures à haute température. Il en résulte un second module, décrit en détail dans ce paragraphe (Figure V- 1).



*Figure V- 1: Photo globale du dispositif expérimental*

Le principe de fonctionnement est à peu près identique au premier module, à la différence près que la cellule vibratoire s'insère intégralement dans une chambre de conditionnement pressurisée. La chaîne d'analyse vibratoire est la même que pour le premier dispositif.

### 1.1. Principe de fonctionnement

La cellule vibratoire du module 2 est intégrée dans une enceinte climatique pressurisée. L'échantillon est testé dans la partie inférieure de l'enceinte, qui est remplie d'eau. Celle-ci est chauffée grâce à la circulation d'un fluide caloporteur (huile silicone) dans la double paroi de l'enceinte. Cette partie est isolée afin de limiter les pertes thermiques vers l'extérieur de l'enceinte.

La partie supérieure de l'enceinte accueille les appareils de mesures, qui ne peuvent supporter des conditions aussi drastiques que celles qui règnent dans la partie inférieure. Les appareils ne peuvent supporter des températures dépassant 40°C et des humidités relatives supérieures à 90% et requièrent l'absence de condensation.

Le principe de fonctionnement de l'enceinte climatique consiste donc à maintenir dans une même enceinte deux climats radicalement différents : à savoir de l'eau régulée en température (jusqu'à 135°C) dans la partie inférieure et de l'air sec et frais dans la partie supérieure. Ces deux compartiments ne peuvent être séparés hermétiquement ; une communication physique entre les deux compartiments doit être assurée pour permettre la sollicitation de l'échantillon, la mesure de la déflexion et la mesure de la force. La solution technique retenue pour réaliser cette enceinte bi-climatique est décrite dans la Figure V- 2.

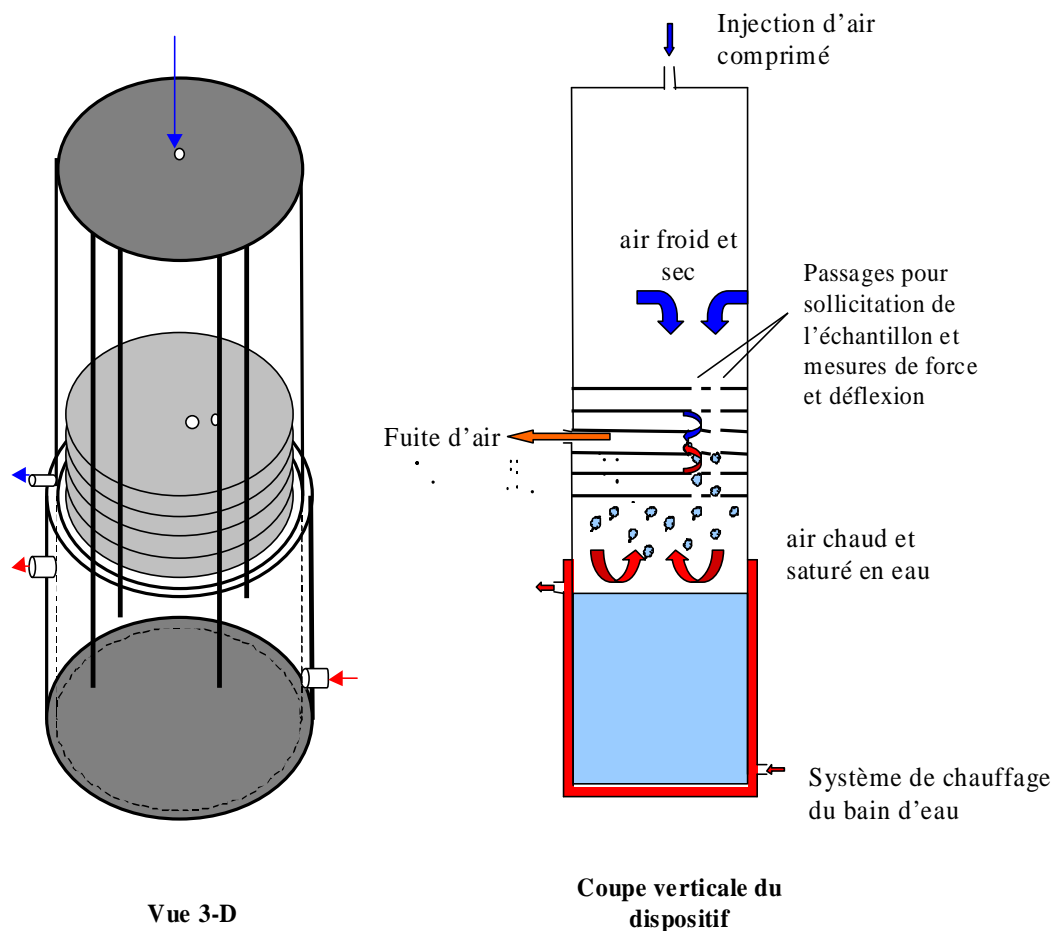


Figure V- 2 : Schéma du principe de fonctionnement de l'enceinte pressurisée



L'air comprimé permettant la mise sous pression de l'enceinte est injecté dans la partie supérieure de celle-ci. Cet air, sec et frais, assure les conditions requises par le matériel électronique embarqué à ce niveau de l'enceinte. Ce flux d'air vient s'opposer au flux de vapeur chaud ascendant provenant de la partie inférieure de l'enceinte. La zone d'opposition de ces flux est concentrée dans la partie centrale de l'enceinte. Les deux zones de l'enceinte sont séparées par une série de disques d'inox (ailettes) distants de quelques centimètres. Ces disques sont percés afin de permettre le passage de l'axe de sollicitation et du câble de mesure du déplacement. C'est au niveau de ces feuilles que les deux flux d'air (froid sec et chaud humide) se rencontrent. Latéralement, dans la partie centrale de ces ailettes, une fuite d'air permet d'évacuer l'air chaud et humide afin d'éviter qu'il ne remonte dans la partie supérieure (Figure V- 2).

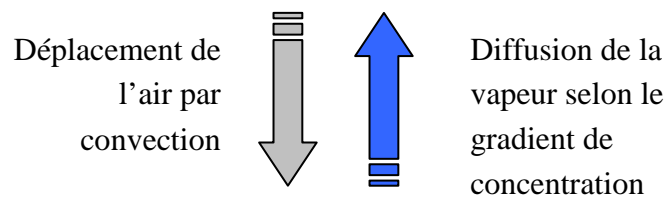
### 1.2. Dimensionnement de l'enceinte bi-climatique

Un calcul théorique a permis de dimensionner le dispositif afin que le flux d'air froid et sec soit suffisamment important pour s'opposer au flux de vapeur provenant de la partie inférieure de l'enceinte. Il s'agit de calculer les paramètres (débit d'air, longueur de l'enceinte...) pour que le débit de vapeur remontant dans la partie supérieure de l'enceinte soit nul. **Annexe IX.**

Selon le principe présenté précédemment, deux phénomènes principaux se déroulent au sein de l'enceinte :

- la diffusion de la vapeur dans l'air selon le gradient de concentration,
- la convection d'un flux d'air provoqué par l'injection d'air comprimé dans la partie supérieure.

Ces deux phénomènes sont opposés.



Bien que défavorable, le calcul proposé en annexe ne prend pas en compte les turbulences et les phénomènes secondaires. Dans la réalité, les flux d'air ne sont pas parfaits. L'air étant injecté localement dans la partie centrale du disque supérieure de l'enceinte, des retours d'air chaud et humide sont envisageables en périphérie le long des parois.

Par conséquent et pour éviter ces phénomènes secondaires, le jeu entre les ailettes et la paroi a été comblé par un joint d'étanchéité (Figure V- 3).

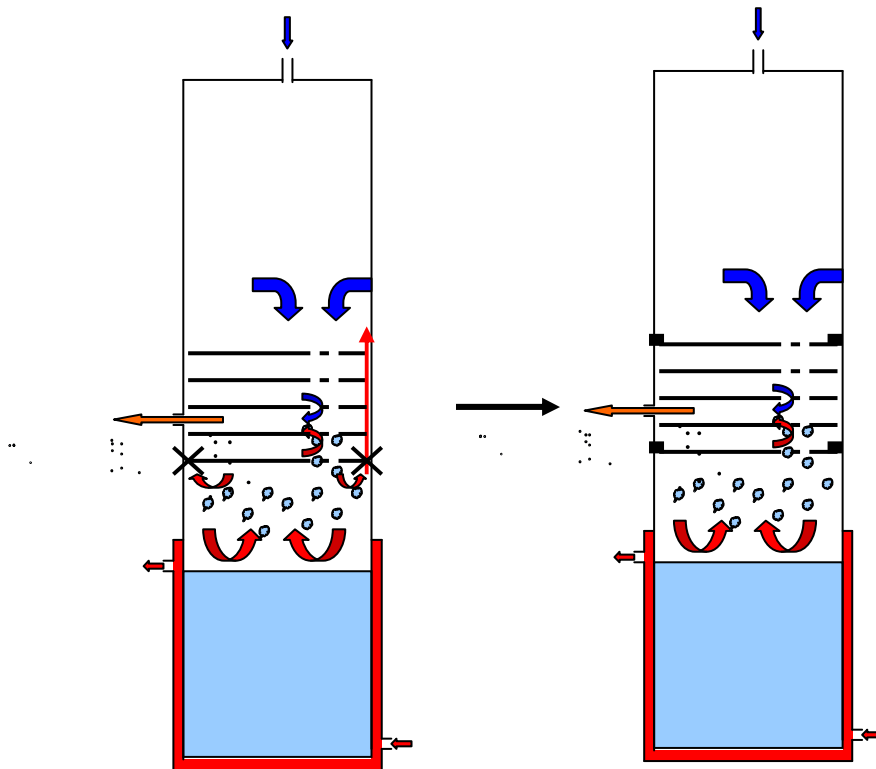


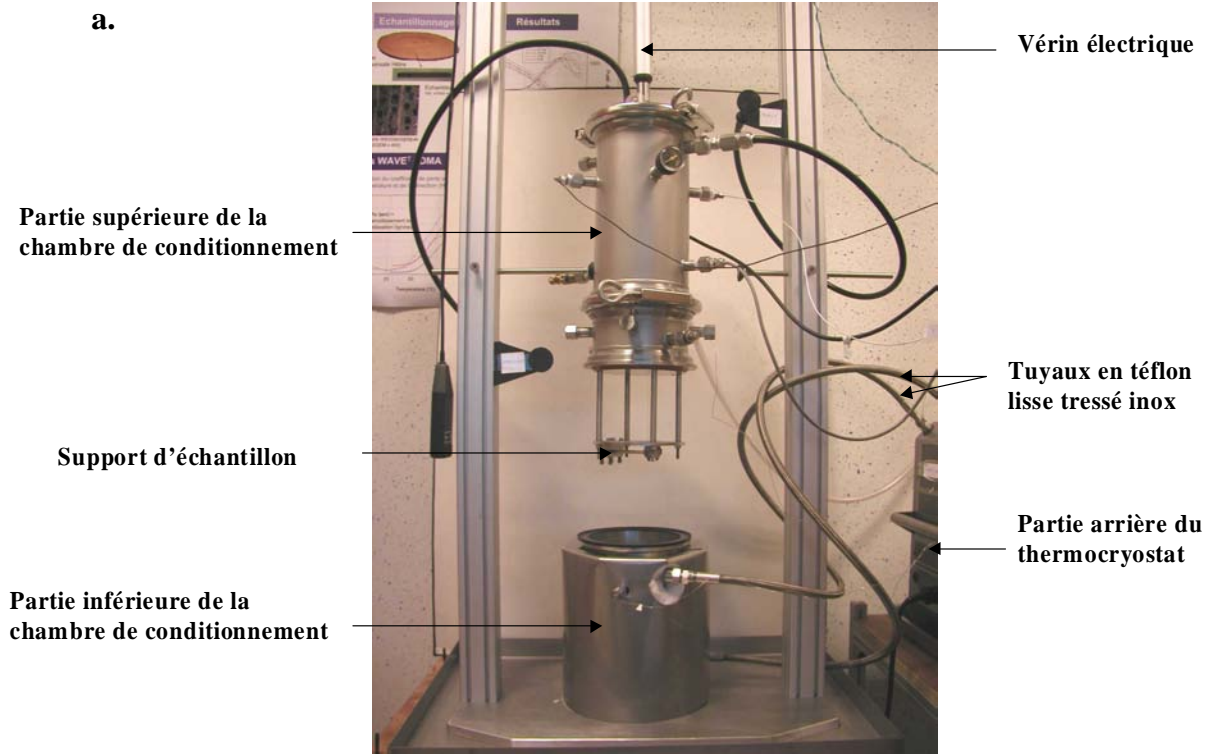
Figure V- 3 : Représentation schématique des flux à l'intérieur de l'enceinte

Une fois le dimensionnement de l'enceinte réalisé, la conception et la réalisation du module ont pu être envisagées. **Ce système de régulation bi-climatique a fait l'objet d'un dépôt de brevet.**

### 1.3. Description du module

L'enceinte de forme cylindrique est réalisée en inox et est capable de supporter une surpression de 6 bars. Sur l'ensemble de l'enceinte, des piquages latéraux permettent le passage des fils et câbles.

L'enceinte contient l'ensemble du support d'échantillon (mors d'encastrement et de sollicitation, système de mesure du déplacement), des instruments de sollicitation (pot de vibration) et des appareils de mesure (capteur laser, capteurs de force...). La partie supérieure de l'enceinte est amovible, elle permet de fixer l'échantillon dans les mors puis de l'immerger dans la partie inférieure de l'enceinte pour réaliser les tests (Figure V- 4).



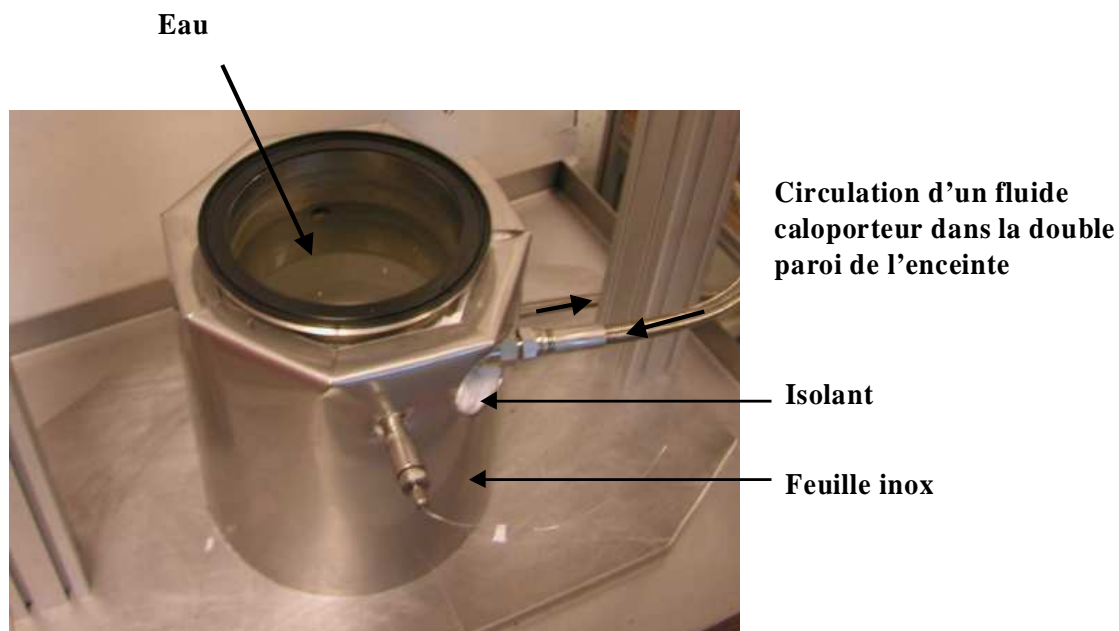
b.



*Figure V- 4 : Photos du dispositif expérimental. a- Enceinte climatique ouverte, le support d'échantillon est accessible. b- Dispositif en fonctionnement, enceinte climatique fermée, échantillon immergé dans l'eau à l'intérieur de l'enceinte*

### **1.3.1. La chambre de conditionnement**

La partie inférieure de l'enceinte pressurisée est remplie d'eau, c'est à ce niveau que l'échantillon est conditionné et sollicité (Figure V- 5). Elle est formée d'une double paroi dans laquelle circule une huile régulée en température. Cette partie est isolée à l'extérieur avec une laine haute température, de manière à limiter les pertes thermiques.



**Figure V- 5 : Descriptif de la partie inférieure de la chambre de conditionnement**

La circulation et le chauffage de l'huile sont assurés par un thermocryostat. La puissance de la pompe assure une bonne circulation de l'huile et ainsi un chauffage efficace et rapide de l'eau dans la chambre. L'huile silicone utilisée est adaptée pour une régulation en température dans une plage de  $-40^{\circ}\text{C}$  à  $+165^{\circ}\text{C}$ . La liaison entre le thermocryostat et l'enceinte est assurée par des tuyaux téflon lisse tressés inox. Le téflon supporte des températures de l'ordre de  $200^{\circ}\text{C}$ . La tresse inox représente une bonne sécurité en cas de rupture du tuyau téflon. Sa flexibilité associée à une mise en œuvre spécifique (les tuyaux forment un  $\alpha$  entre les deux branchements) limitent la transmission des vibrations du thermocryostat vers le dispositif.

La partie supérieure est équipée de certains éléments de sécurité liés à la pressurisation de l'enceinte : un manomètre permettant de suivre la pression, une soupape de sécurité calibrée à 5.5 bars. Des capteurs de température et d'humidité relative permettent de suivre ces deux grandeurs à plusieurs niveaux de l'enceinte. Le passage des parois est assuré par des raccords coulissants avec olive en téflon.

### 1.3.2. La cellule vibratoire

Comme pour le module 1, la cellule vibratoire est suspendue à un portique par l'intermédiaire d'un vérin électrique qui permet l'immersion de l'échantillon dans la partie inférieure de la chambre de conditionnement (Figure V- 4). Seul le support d'échantillon de la cellule vibratoire est apparent, les autres éléments de la cellule vibratoire sont enfermés dans la partie supérieure de la chambre de conditionnement (Figure V- 6).

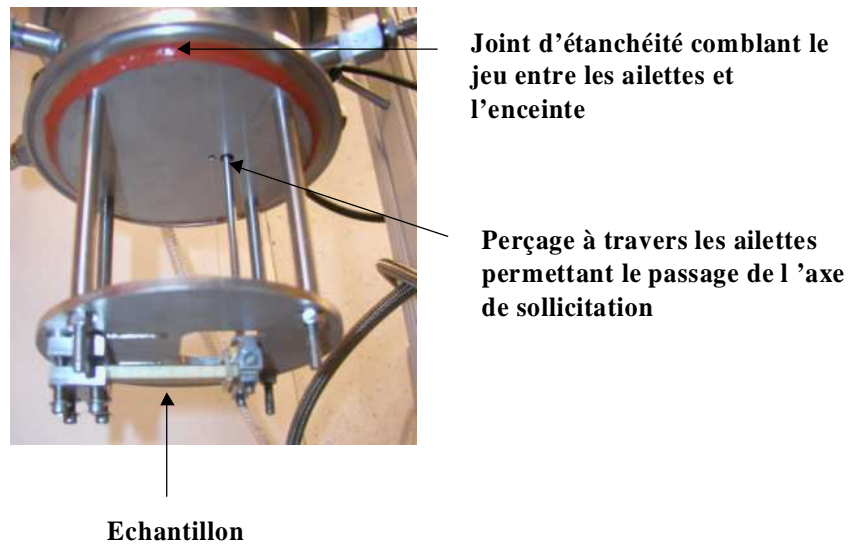


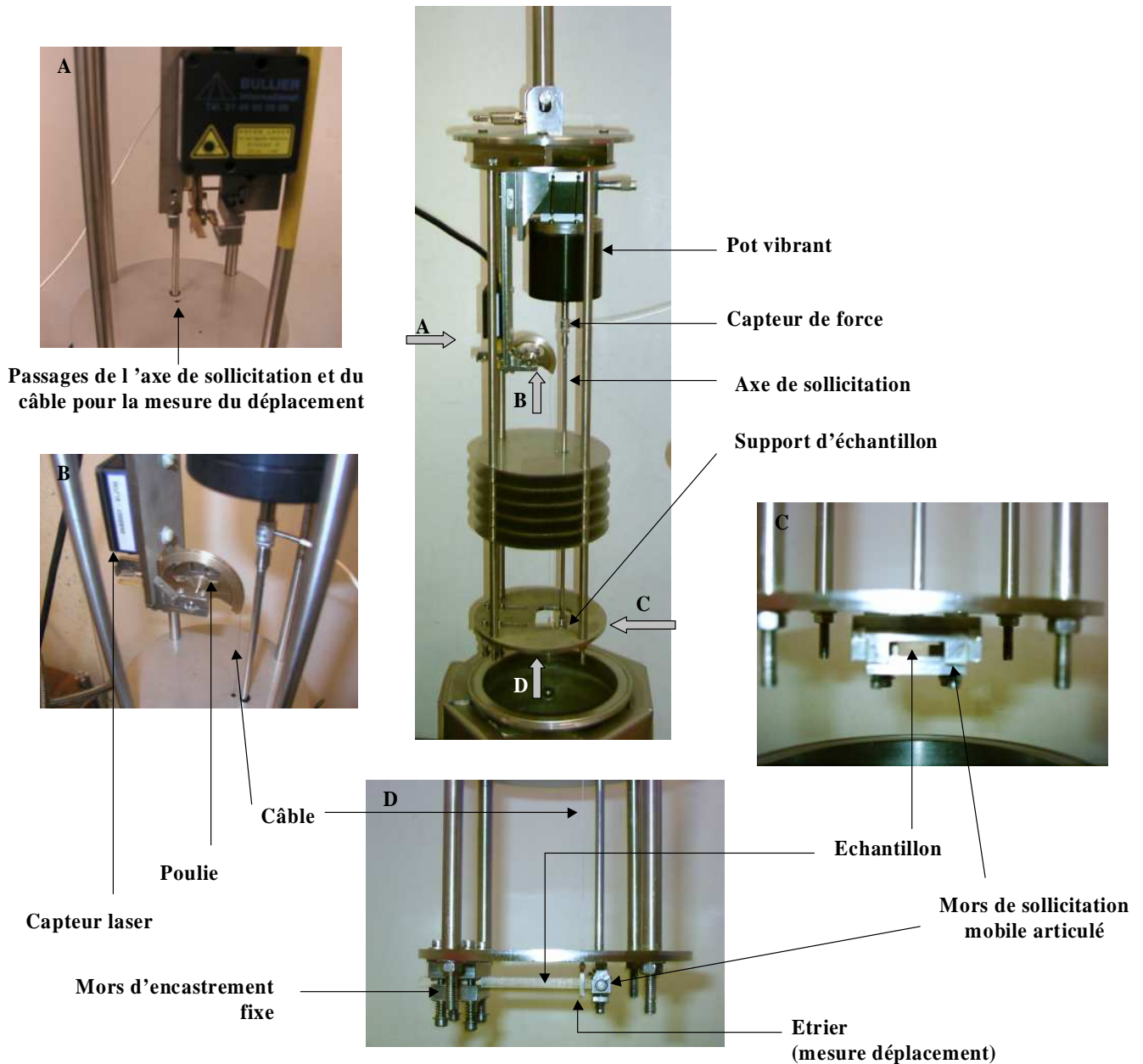
Figure V- 6 : Photo du support d'échantillon

Les systèmes de sollicitation et de mesure du déplacement sont semblables à ceux développés dans le module 1. Tous les éléments sont réalisés en inox. L'expérience acquise avec le module 1 a permis d'apporter quelques petites améliorations.



Figure V- 7 : Photo des mors de sollicitation

L'étrier permettant la mesure du déplacement a fait l'objet d'une nouvelle conception, qui lui permet d'être plus léger. La poulie a également subi quelques modifications. Le grand diamètre de la poulie a été augmenté de manière à augmenter la différence entre les deux gorges. La poulie a été évidée, toujours dans le souci d'alléger le système. La Figure V- 8 présente les détails de l'ensemble des éléments de la cellule vibratoire.

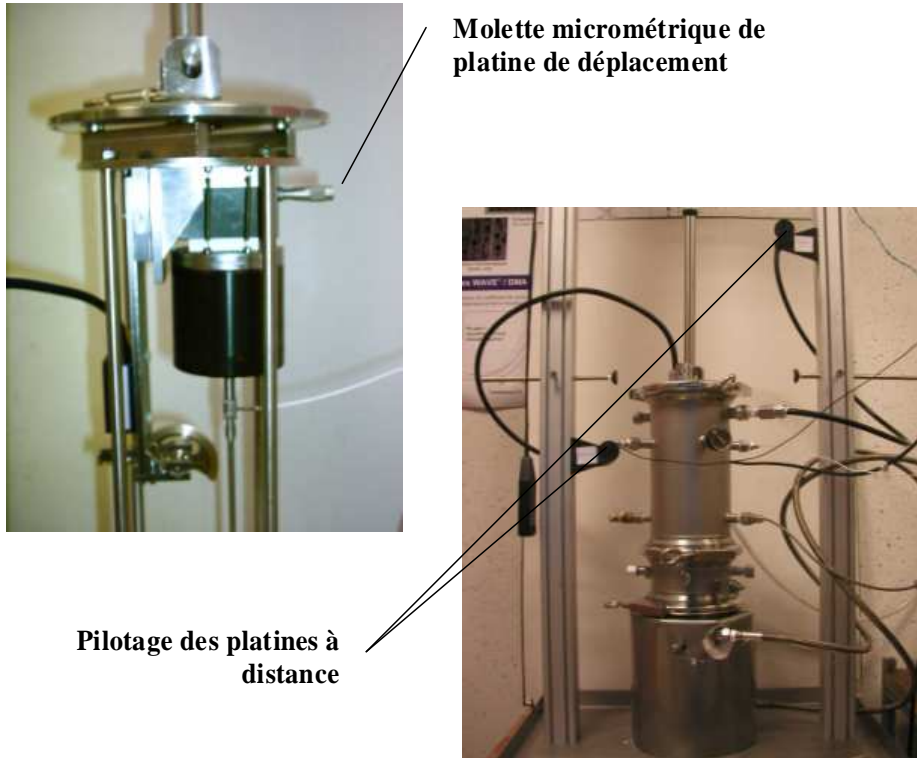


**Figure V- 8 : Descriptif détaillé du banc d'essai**

Une des difficultés réside dans la gestion des platines de déplacement qui se situent à l'intérieur de l'enceinte depuis l'extérieur. En effet, il doit être possible d'ajuster la position horizontale de l'échantillon de manière à ce que le déplacement et la force soit à « zéro » dans la position initiale. Le pilotage des platines de déplacement est réalisé mécaniquement à l'aide



de câbles de contrôle à distance de la marque Newport auxquels certaines modifications ont été apportées pour assurer l'étanchéité de ce dispositif pressurisé (Figure V- 9). A ce niveau, les passages de parois assurent l'étanchéité tout en permettant la rotation des câbles nécessaires au déplacement des platines.



**Figure V- 9 : Pilotage à distance des platines de déplacement**

Une protection physique a été mise en place autour du dispositif afin de se protéger des éventuels problèmes liés à la circulation d'huile chaude ou de phénomènes liés à la pressurisation du dispositif (Figure V- 10).



**Figure V- 10 : Vue globale du dispositif avec les éléments de protection**

### 1.4. Validation

Avant d'effectuer des mesures sur des échantillons, le bon fonctionnement du principe de régulation de l'enceinte a été vérifié. Les capteurs de température et d'humidité relative placés à divers endroits dans l'enceinte permettent de suivre l'évolution des conditions hygrothermiques dans les compartiments de l'enceinte. La pression est réglée à environ 5 bars dans l'enceinte de manière à conserver une fraction d'air non négligeable lorsque la température de l'eau est proche de 135°C.

La Figure V- 11 montre l'évolution de la température et de l'humidité relative lors du lancement des expériences. On constate que l'humidité relative de l'air dans la partie supérieure de l'enceinte passe de 65% (humidité relative de l'air dans la salle de manipulation) à moins de 10% (air quasiment sec provenant du générateur d'air comprimé). L'humidité relative dans la partie supérieure de l'enceinte est alors stabilisée à cette valeur quelle que soit la température.

La température de l'air dans cette zone ne dépasse pas 25°C même lorsque la température de l'eau dans la zone inférieure de l'enceinte atteint plus de 135°C ! Ces conditions sont stables pour des durées d'expérimentation dépassant 24 heures.

Le système fonctionne donc parfaitement bien. Nous pouvons obtenir dans une même enceinte, deux climats radicalement différents dans deux compartiments communicants !! A savoir de l'eau liquide à 135°C d'une part et de l'air quasiment sec et à température ambiante d'autre part.

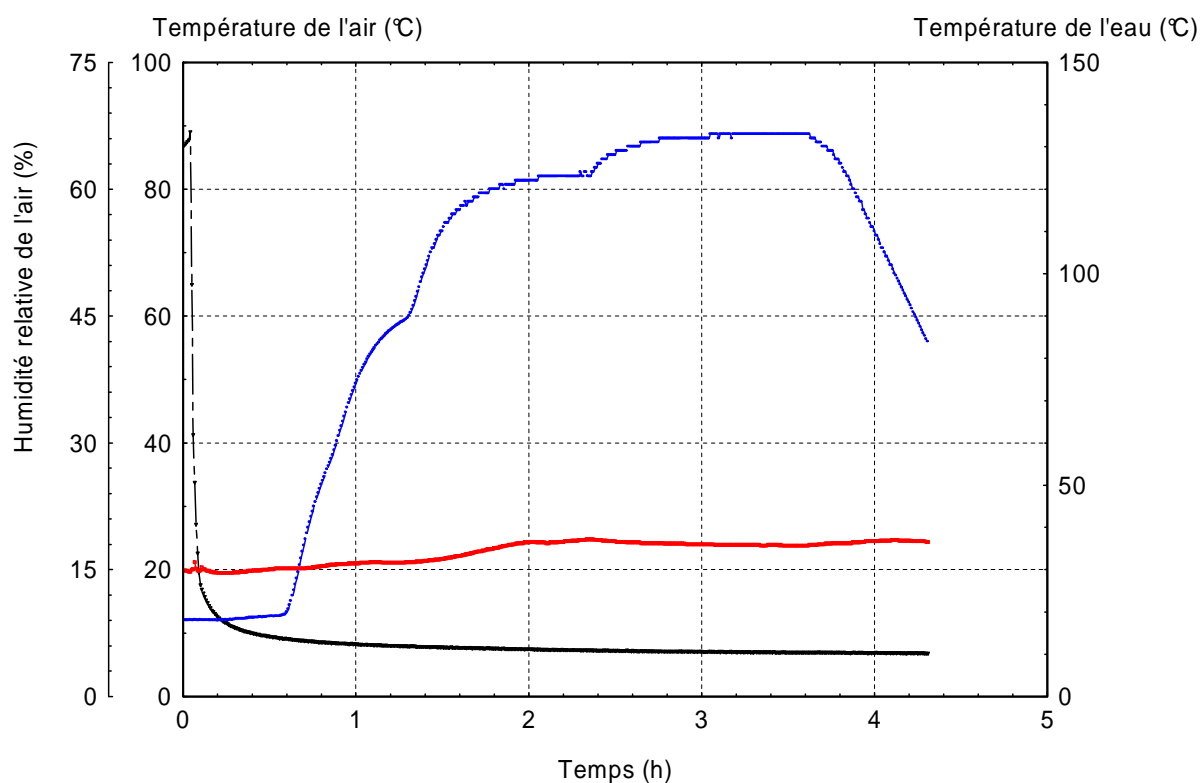


Figure V- 11 : Evolution de la température et de l'humidité relative dans les deux parties de l'enceinte



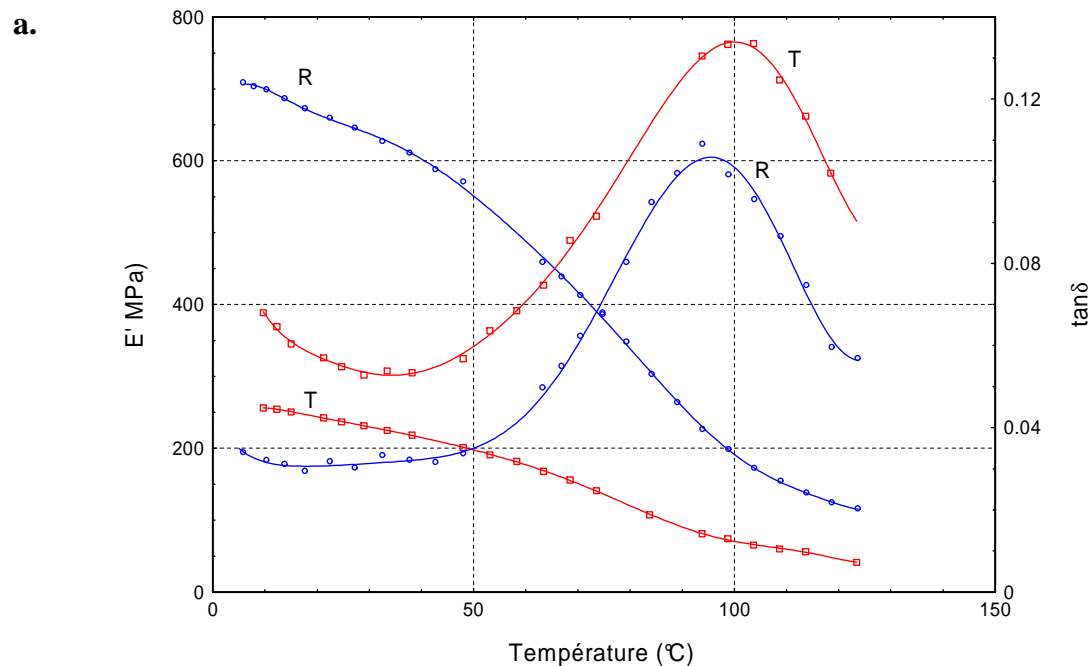
## 2. Comportement viscoélastique du bois vert jusqu'à 135°C

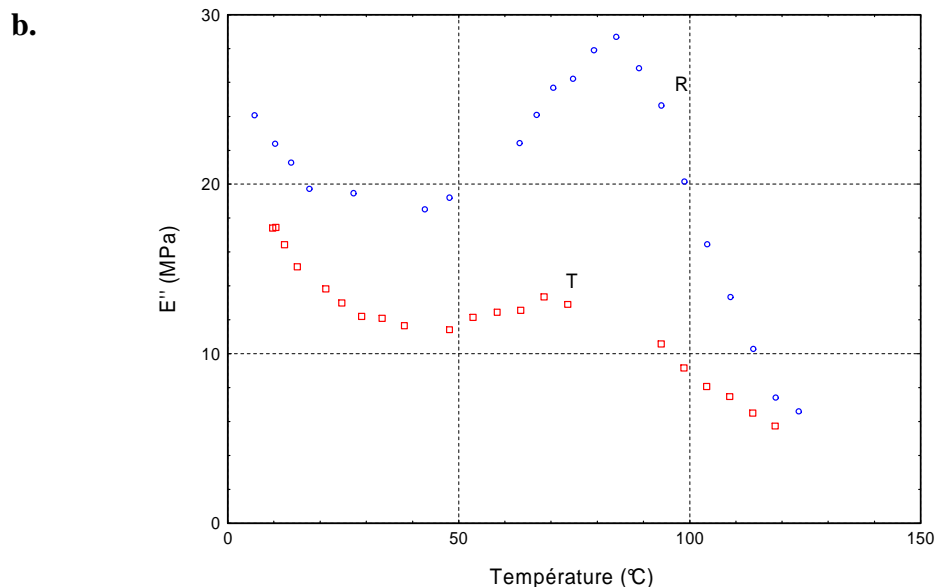
Le nouveau module expérimental présenté ci-dessus permet donc de réaliser la mesure des propriétés viscoélastiques d'échantillons dans l'eau liquide jusqu'à 135°C. Ce paragraphe synthétise une partie des résultats collectés à l'aide de second module sur plusieurs essences de bois.

### 2.1. Ramollissement du bois de résineux

Le chapitre précédent a mis en évidence les difficultés pour déterminer la température de ramollissement des résineux sur une plage de température de 5°C à 95°C. En effet, nous avons souligné que la température de ramollissement des résineux, due à la relaxation des lignines, se situe à des températures avoisinant 90°C à 100°C. Avec le module expérimental 1, un moyen d'accéder à ces données sur la plage de température 5°C - 95°C a consisté à descendre dans les basses fréquences. La « lourdeur » de ces essais en terme de durée et de difficulté de réalisation n'a pas manqué d'être soulignée.

Comme le montrent les résultats de la Figure V- 12, le module pressurisé, grâce à sa large plage de température 5°C – 135°C, permet de déterminer aisément et rapidement la température de ramollissement d'un résineux, en l'occurrence le Sapin, à une fréquence de sollicitation de 1 Hz. Nous pouvons constater sur la Figure V- 12-a que le pic de ramollissement des échantillons de Sapin se produit entre 90°C et 100°C. L'ensemble des remarques effectuées pour les essences de bois testées précédemment sont valables pour le Sapin. Le bois présente un module de stockage environ 3 fois plus important en radial qu'en tangential à température ambiante. La température de ramollissement et le frottement interne sont plus importants dans la direction tangentielle que dans la direction radiale ( $T_g = 94^\circ\text{C}$  en direction radiale,  $98^\circ\text{C}$  en tangentielle). L'amorce du pic de ramollissement dû à la relaxation des hémicelluloses (proche de 0°C) semble apparaître pour des températures plus élevées en tangential qu'en radial.

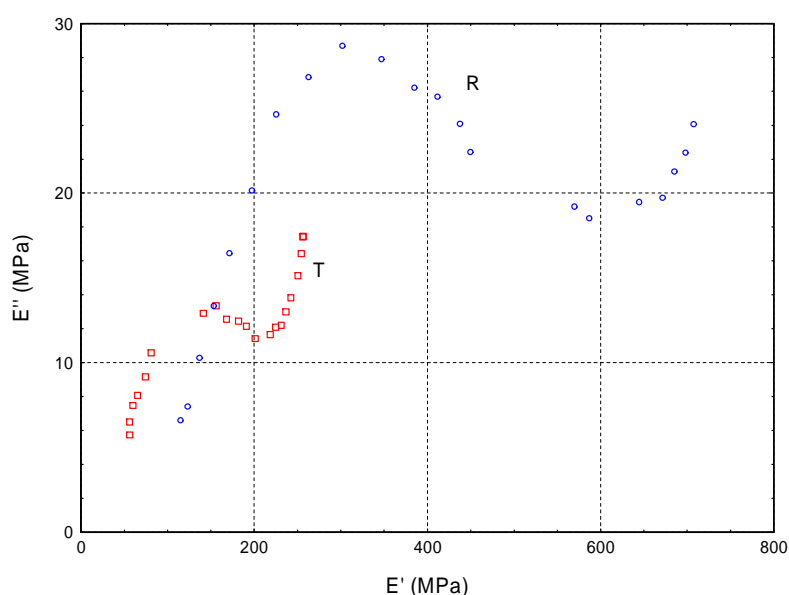




**Figure V- 12 : Evolution des propriétés viscoélastiques du bois de Sapin saturé en eau en fonction de la température et de la direction matérielle (fréquence de sollicitation : 1 Hz). a- Module de stockage et facteur de perte. b- Module de perte.**

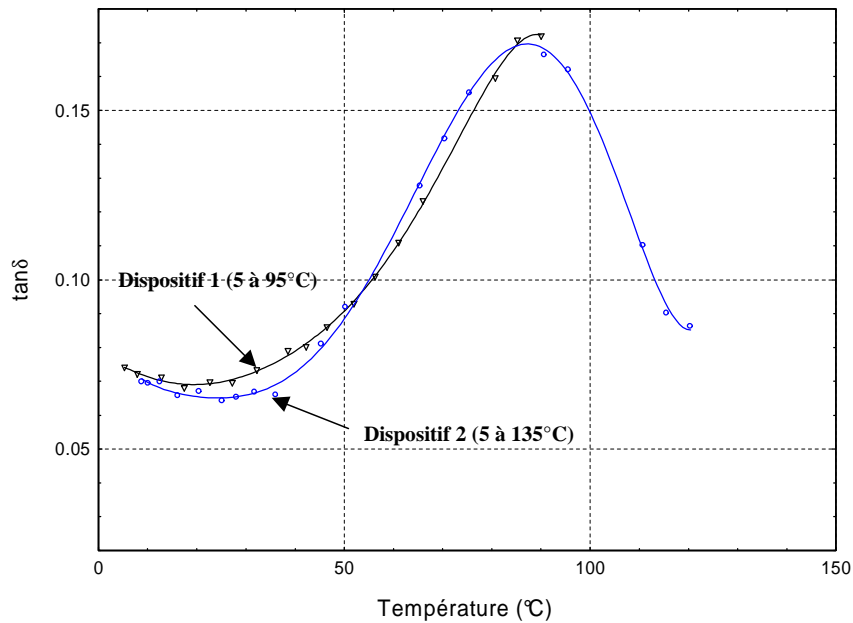
Le module de perte est plus important dans la direction radiale ; le pic de  $E''$  au niveau de la transition vitreuse des lignines est plus marqué qu'en tangential (Figure V- 12-b). L'écart entre les pics de  $E''$  pour les directions radiales et tangentielles est beaucoup plus faible que celui enregistré entre les pics de  $\tan\delta$ .

Là encore le diagramme Cole-Cole permet de repérer aisément la transition de deux polymères (Figure V- 13). L'arc de cercle principal correspond à la relaxation des lignines, l'amorce du second arc à la relaxation des hémicelluloses. L'allure des courbes est identique dans les deux directions du plan transverse, seul le rapport entre les modules change.



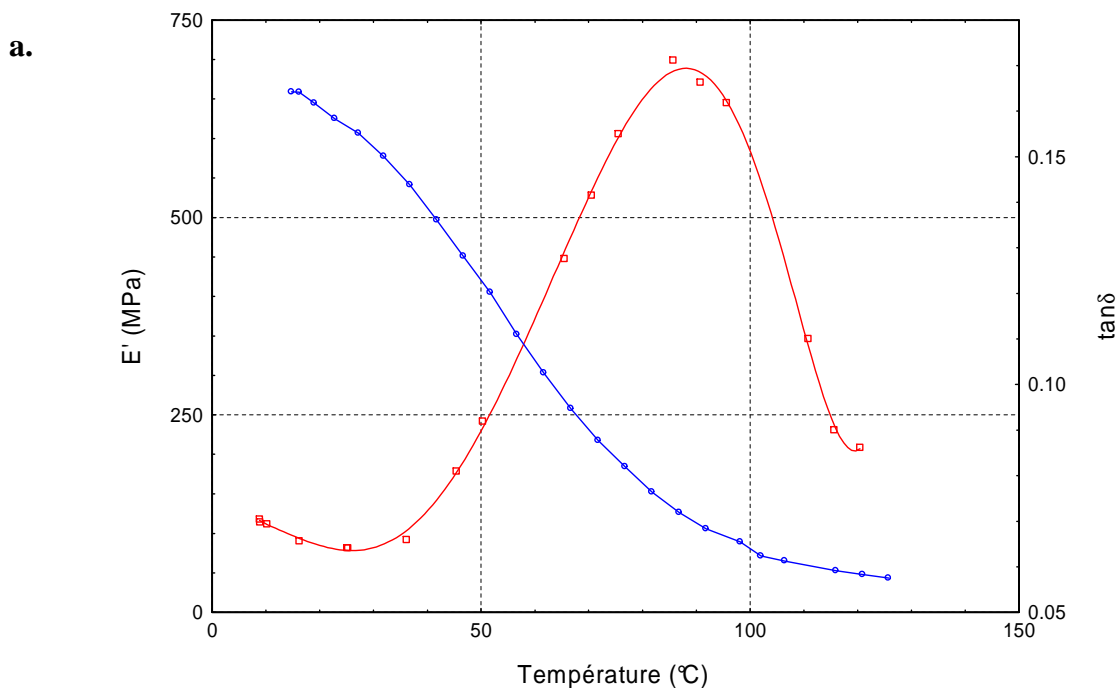
**Figure V- 13 : Diagramme Cole-Cole pour du bois de Sapin saturé en eau pour les directions radiale et tangentielle (fréquence de sollicitation : 1 Hz)**

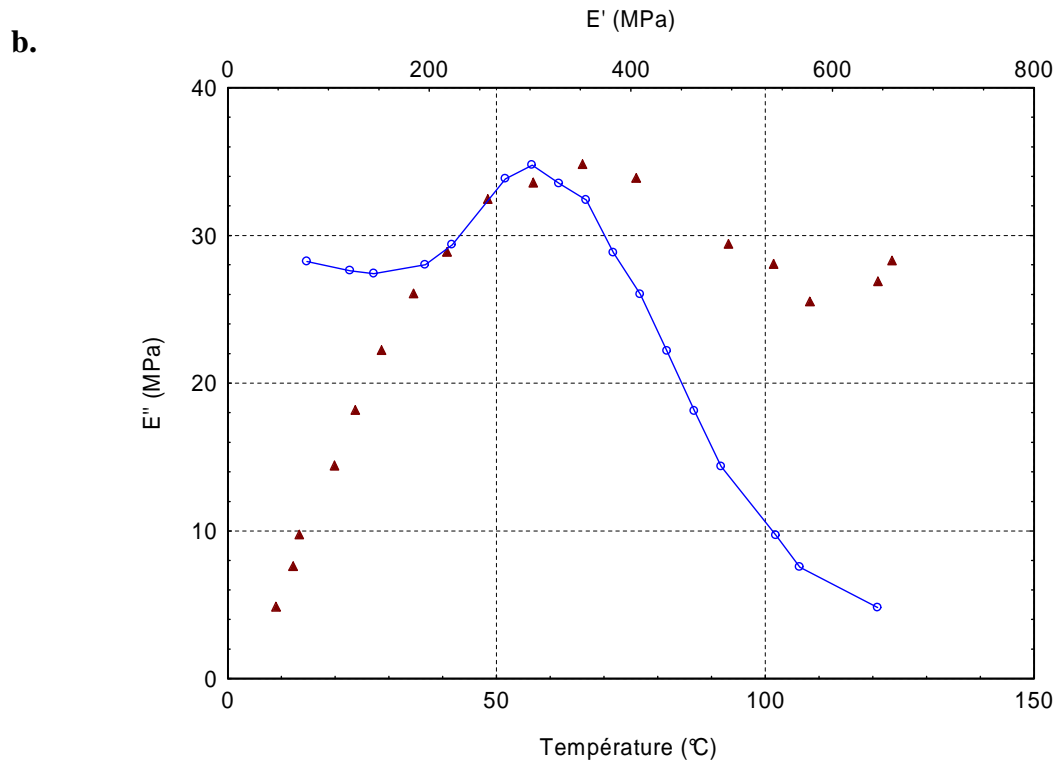
La Figure V- 14 montre le bon niveau d'adéquation des résultats obtenus avec les deux dispositifs sur des échantillons d'épicéa provenant d'un même échantillonnage.



**Figure V- 14 : Superposition des courbes de  $\tan \delta$  en fonction de la température à une fréquence de 1 Hz enregistrées avec les deux dispositifs pour du bois de compression d'Epicéa prélevé dans la direction tangentielle**

La Figure V- 15 illustre l'évolution des propriétés viscoélastiques du bois de compression en direction tangentielle en fonction de la température. La température de ramollissement est localisée aux environs de 86°C pour une fréquence de 1 Hz.





**Figure V- 15 : Evolution des propriétés viscoélastiques d'un échantillon de bois de compression d'Épicéa prélevé dans la direction tangentielle (fréquence : 1 Hz). a- Evolution de  $E'$  et  $\tan \delta$  en fonction de la température. b- Evolution de  $E''$  en fonction de la température et du module de stockage (Cole-Cole)**

La Figure V- 16 permet de comparer l'évolution du module de stockage et du facteur de perte en fonction de la direction matérielle (radiale et tangentielle) et du type de bois (bois normal et bois de compression). Les données pour le bois de compression en direction radiale ne figurent pas puisqu'il était impossible de prélever des échantillons constitués uniquement du bois de compression dans cette direction.

Comme pour les essais réalisés à très basse fréquence dans le chapitre précédent, nous trouvons que le module de stockage du bois de compression est plus de 4 fois supérieur à celui du bois normal, et que la température de ramollissement apparaît pour des températures plus faibles que pour le bois normal (Figure V- 16).

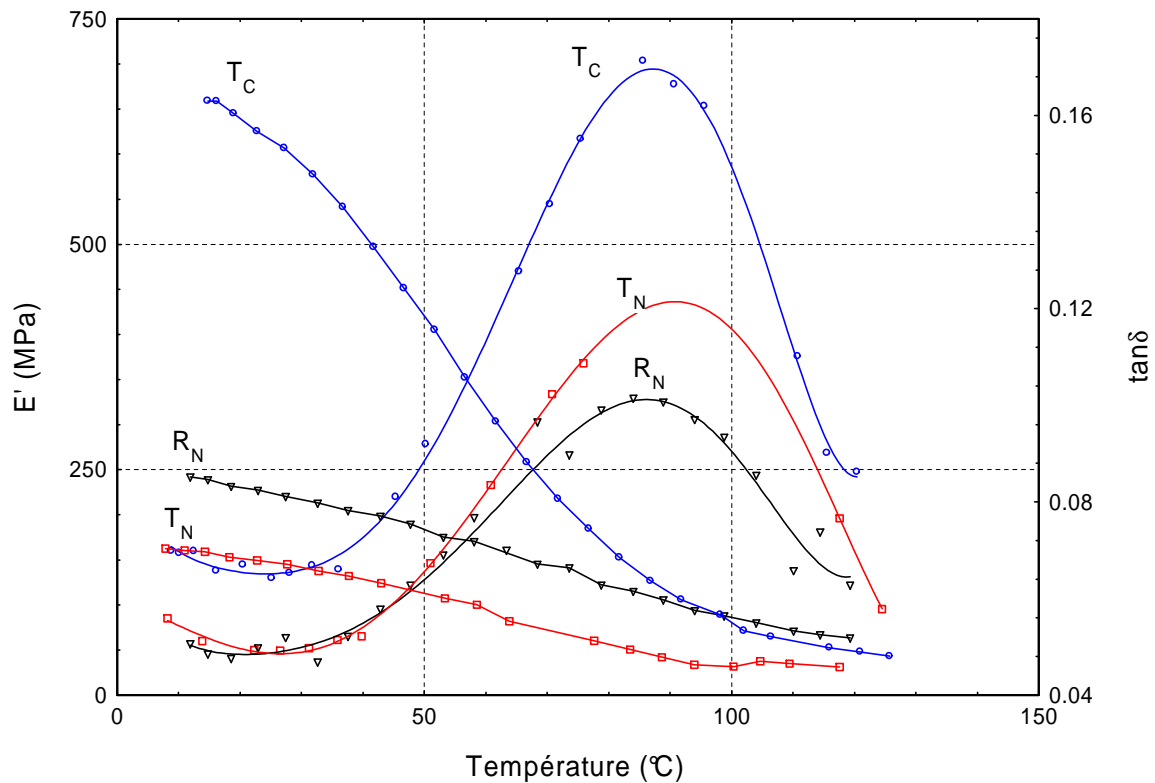


Figure V- 16 : Comparaison des propriétés viscoélastiques du bois normal et du bois de compression d’Epicéa (fréquence 1 Hz)

Direction tangentielle	Tg (°C)
Bois de compression	86
Bois normal	89
Direction radiale	
Bois normal	84

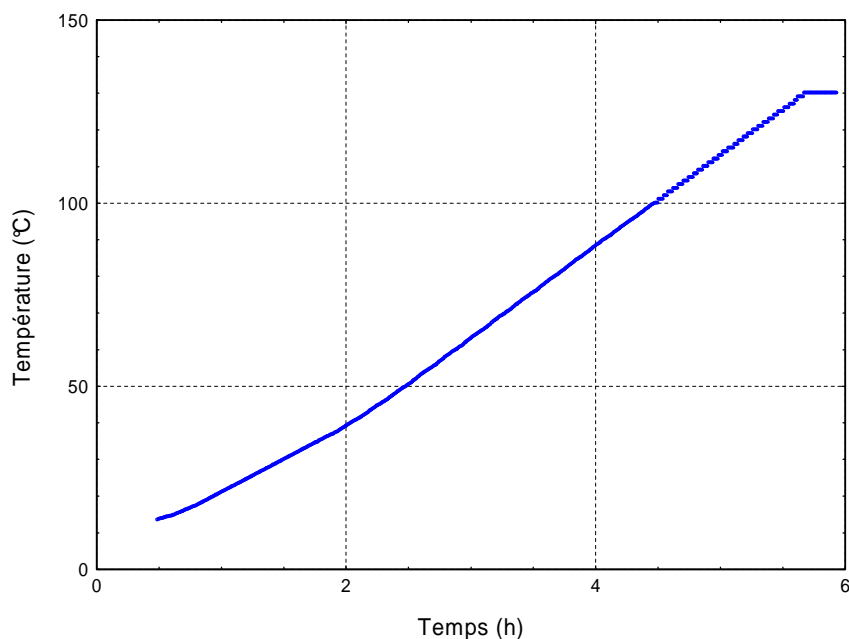
Tableau V- 1 : Température de ramollissement du bois d’Epicéa en fonction de la nature du bois et de la direction matérielle (fréquence 1 Hz)

L’élargissement de la plage de température permet donc d’accéder aisément et rapidement aux propriétés viscoélastiques du bois de résineux. La différence de température de ramollissement entre les résineux et les feuillus est due à la structure réticulée des lignines de résineux.

## **2.2. Comportement du bois soumis à des échelons de température ascendants et descendants**

Dans les essais de caractérisation des matériaux, il est bien connu que la vitesse de chauffage intervient directement sur les propriétés viscoélastiques mesurées. Par exemple, une valeur de température de transition vitreuse déterminée en DSC n'a de sens que si elle est accompagnée de la vitesse de chauffage à laquelle elle a été déterminée.

Jusqu'à maintenant les essais étaient réalisés au niveau de paliers de température plus ou moins longs selon les fréquences testées ; la vitesse de chauffage n'intervenait donc pas directement. Par contre, pour les essais qui suivent, la fréquence de sollicitation est de 1Hz, le temps nécessaire pour effectuer les mesures est de l'ordre de 1.5 minutes. Le palier de température est donc extrêmement réduit et est négligeable à l'échelle de la durée de totale de l'expérimentation (Figure V- 17). Nous pouvons donc considérer que dans ce cas, les essais sont réalisés sur une rampe de température ascendante dont la vitesse de chauffage est de l'ordre de 0.35°C/min. Tous les essais sont réalisés avec cette même vitesse de chauffage.



**Figure V- 17 : Montée en température de 15 à 135°C dans le bain d'eau de l'enceinte climatique.**

En fonction du temps nécessaire pour atteindre la température maximale, l'échantillon a pu subir une dégradation thermique partielle. Des cycles de température permettent de quantifier cette dégradation.

Ces expériences ont été réalisées sur du bois de chêne et de sapin saturé en eau dans la direction radiale, pour une fréquence de sollicitation de 1 Hz.

2.2.1. Bois de Chêne

La Figure V- 18 présente l'évolution des propriétés viscoélastiques du bois de chêne en fonction de la température, lors d'un échelon ascendant (protocole expérimental de la Figure V- 17).

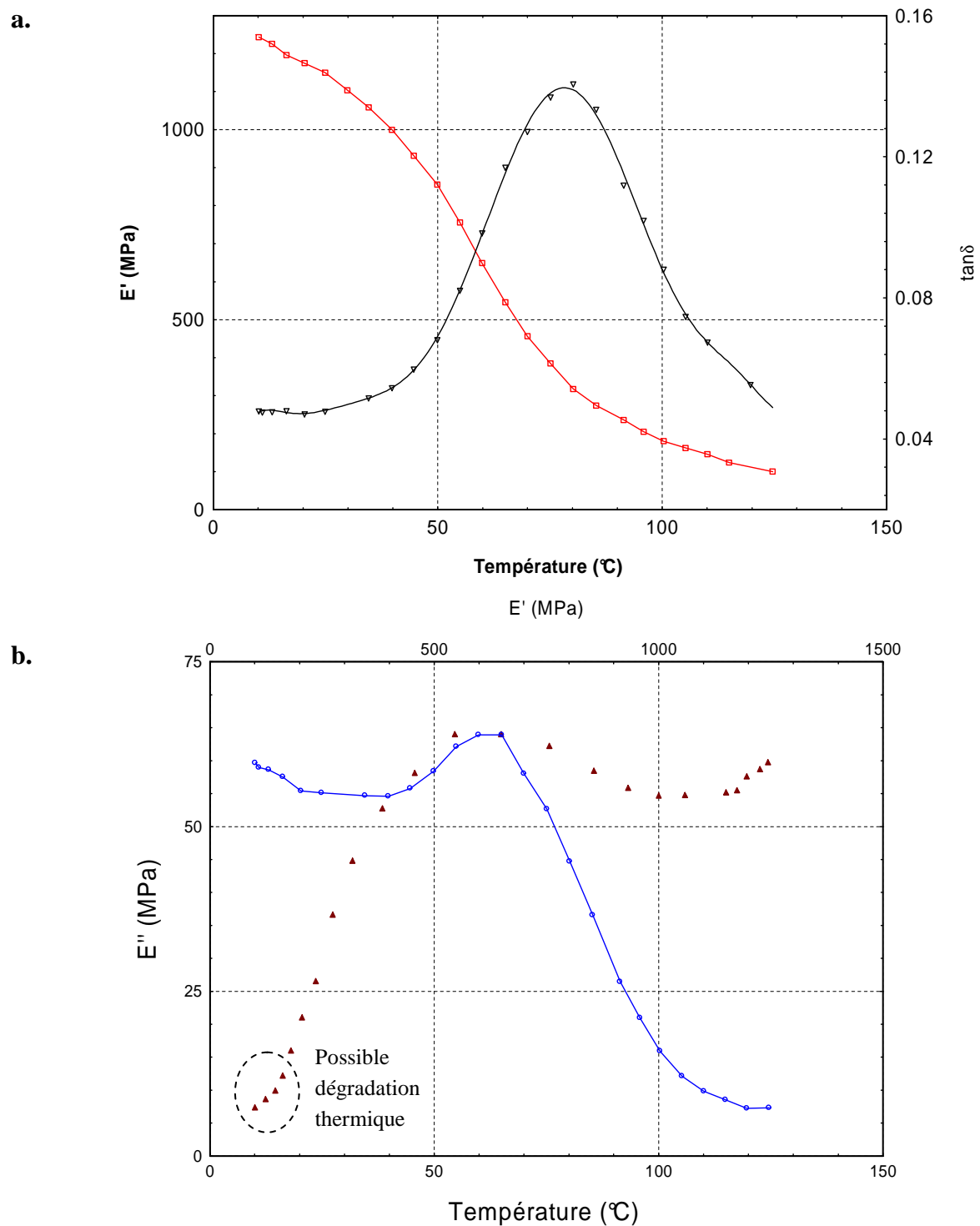
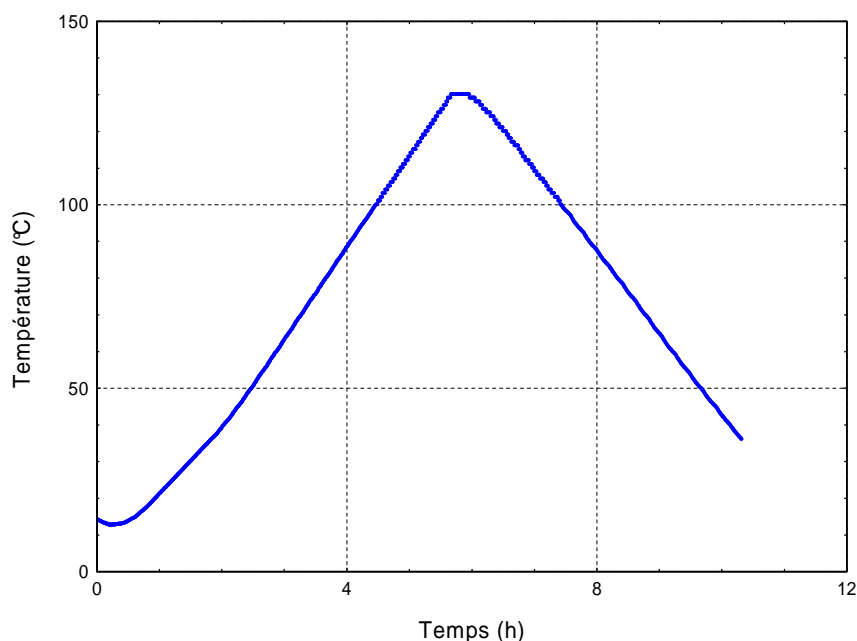


Figure V- 18 : Evolution des propriétés viscoélastiques d'un échantillon de Chêne soumis à un échelon ascendant (fréquence 1 Hz). a- Evolution de  $E'$  et  $\tan \delta$  en fonction de la température. b- Evolution de  $E''$  en fonction de la température et du module de stockage (Cole-Cole)

Les résultats sont identiques à ceux déjà obtenus pour le chêne dans le chapitre précédent avec l'avantage majeur de couvrir une plage de température plus large.

Remarquons également au passage que le diagramme Cole-Cole met en évidence les effets possibles de la dégradation thermique au niveau des faibles valeurs de modules. Les points expérimentaux sortent de la trajectoire de l'arc de cercle correspondant à la relaxation des lignines pour tendre plus ou moins linéairement vers zéro.

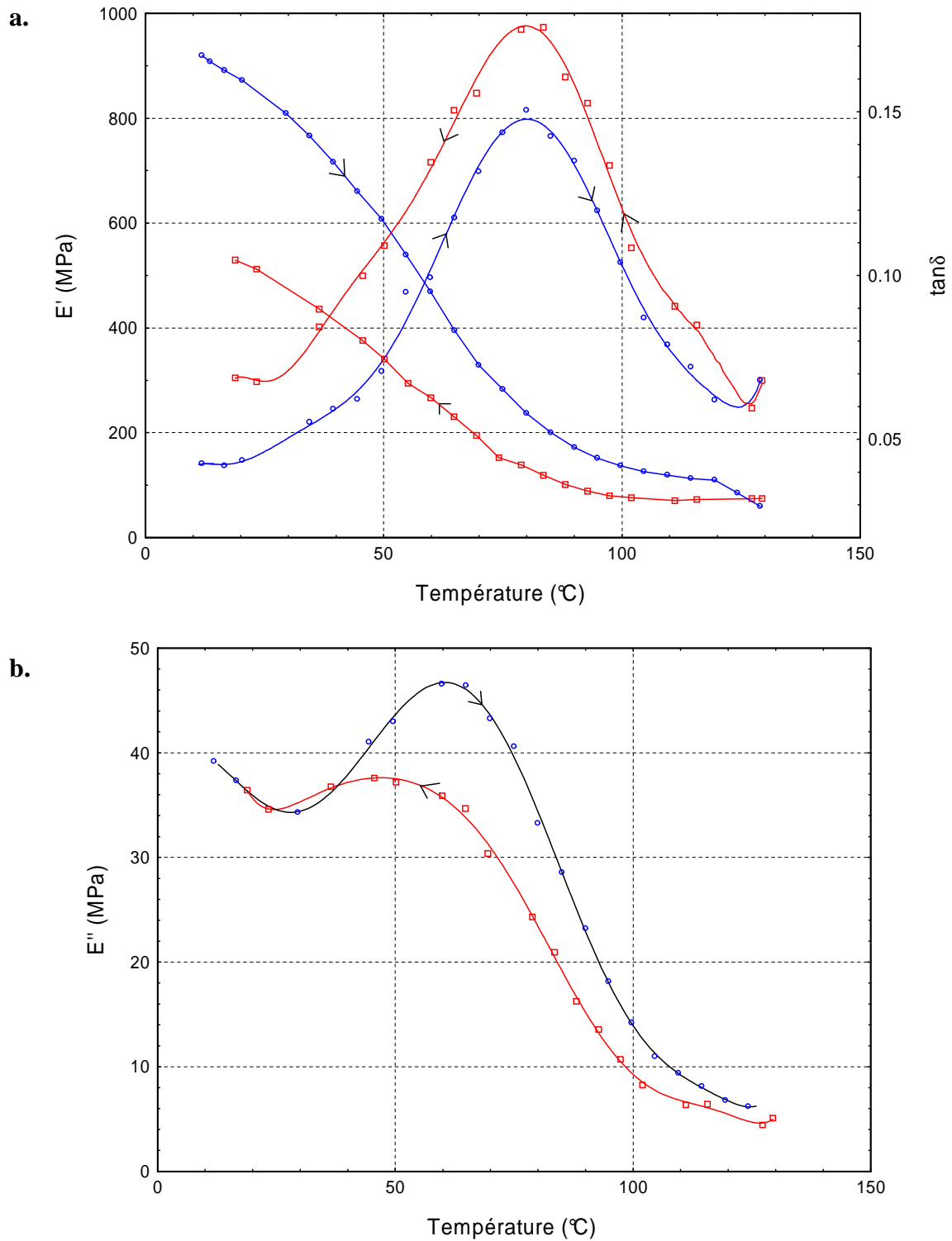
Intéressons-nous désormais au comportement du bois lors de la descente en température. La Figure V- 19 décrit le protocole expérimental utilisé.



**Figure V- 19 : Evolution de la température du bain d'eau soumis à un échelon de température ascendant puis à un échelon descendant**

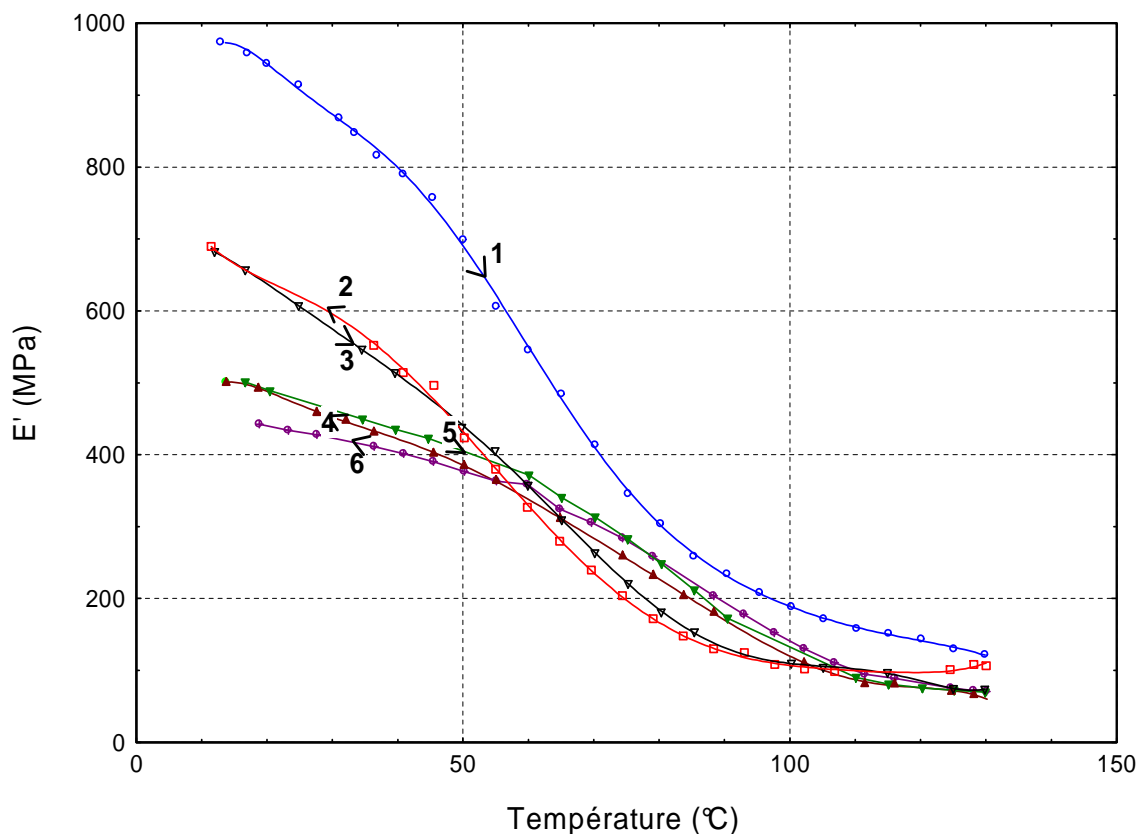
Sur la Figure V- 20, il apparaît que le module de stockage suit un chemin différent de celui emprunté à l'aller (palier de température ascendant) lors du retour (palier de température descendant). La valeur d'arrivée est environ 1.7 fois plus faible que celle de départ. De même, l'allure de la courbe du coefficient de perte au retour est similaire à celle de l'aller, mais avec un décalage non négligeable. Le niveau de  $\tan\delta$  et la température de ramollissement sont supérieurs au retour. Le module de perte est plus faible au retour, le pic correspondant à la transition des lignines est aplati.





**Figure V- 20 : Evolution des propriétés viscoélastiques lors d'un échelon ascendant de température suivi d'un échelon descendant (bois de chêne, fréquence 1 Hz). a -  $E'$  et  $\tan \delta$  b-  $E''$ .**

Il semble donc que le bois subisse des modifications importantes lors de son exposition aux fortes températures. La Figure V- 21 synthétise les résultats obtenus au cours de 6 paliers successifs, alternant montée et descente en température.



**Figure V- 21 : Evolution du module de stockage d'un échantillon de Chêne lors de plusieurs échelons successifs de température ascendante et descendante pour une fréquence de sollicitation de 1 Hz**

A chaque « retour » le module de stockage diminue fortement. Le chemin suivi lors du palier ascendant suivant est alors quasi-identique au chemin emprunté lors du palier descendant précédent. Le bois ne subit donc pas de modification à faible température. La diminution du module de stockage tend à décroître au fur et à mesure des allers-retours (Tableau V- 2). Après une diminution de l'ordre de 30% entre le premier aller-retour, on enregistre une baisse de seulement 10% lors du 3<sup>ème</sup> aller-retour.

Des différences importantes sont également relevées au niveau du coefficient de perte (Figure V- 22). Le niveau de  $\tan\delta$  et la température de ramollissement varient entre l'aller et le retour. Ces variations peuvent être attribuées aux dégradations provoquées par l'exposition à de fortes températures. Par contre entre le palier descendant (2) et le palier ascendant suivant (3), les différences sont minimales, de même que pour les paliers (4) et (5). Au retour, le niveau de frottement interne est toujours plus élevé qu'à l'aller, la température de ramollissement plus forte, sauf pour le premier trajet. On enregistre une différence de 24°C au niveau de la température de ramollissement entre le premier aller (1) et le dernier retour (6) ! (Tableau V- 2).

Au niveau du module de perte, le pic correspondant à la transition des lignines s'aplatit et est décalé vers les hautes températures au fur et à mesure des allers-retours.

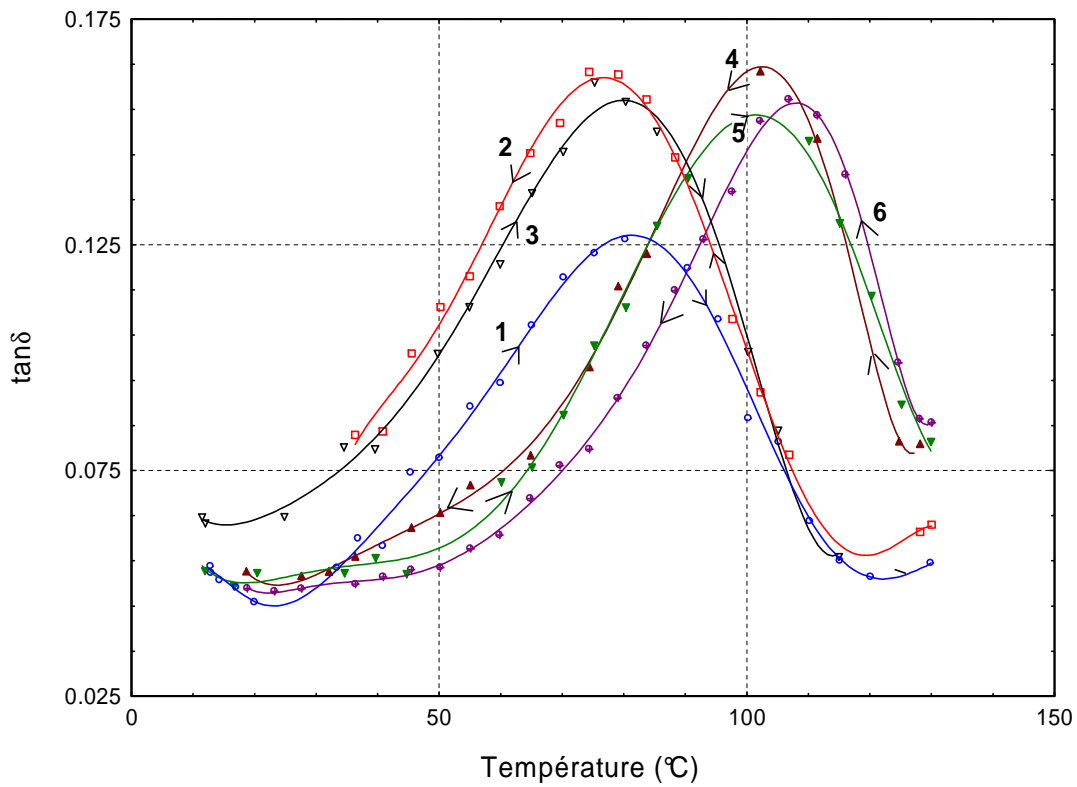


Figure V- 22 : Evolution du facteur de perte d'un échantillon de Chêne lors de plusieurs échelons successifs de température ascendante et descendante (fréquence : 1 Hz)

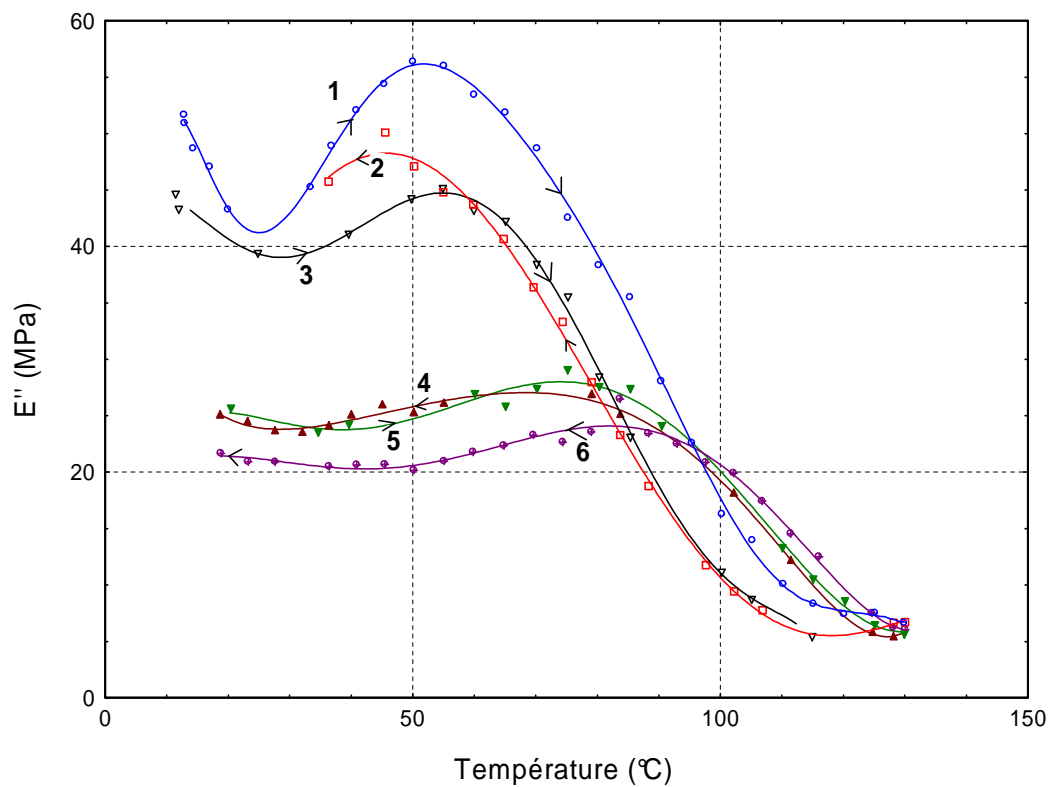


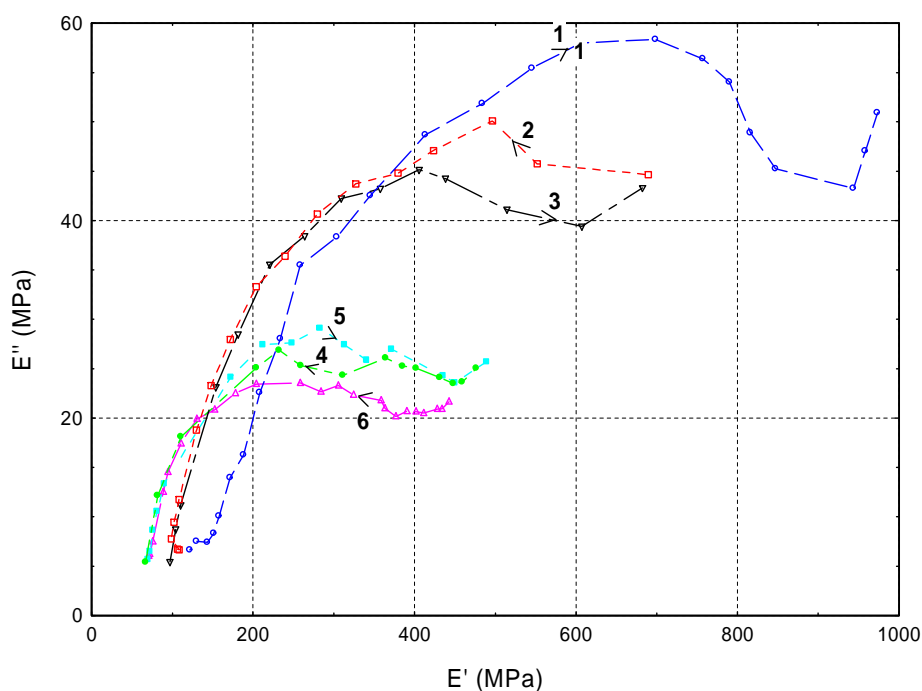
Figure V- 23 : Evolution du module de perte d'un échantillon de Chêne lors de plusieurs échelons successifs de température ascendante et descendante (fréquence : 1 Hz)

	E' (MPa) à 20°C	Tg (°C)	tanδ à Tg
M1	944	79	0.126
D1	657 -30%	75	0.163
M2	632 -33%	76	0.161
D2	480 -49%	99	0.163
M3	489 -48%	99	0.157
D3	438 -54%	103	0.148

M : Montée en température  
D : Descente en température

**Tableau V- 2 : Synthèse de l'évolution des propriétés viscoélastiques au fur et à mesure des « allers-retours » pour le bois de Chêne (fréquence : 1 Hz)**

La Figure V- 24 montre l'évolution des arcs de cercle dans le diagramme Cole-Cole au fur et à mesure des « allers-retours ». Les effets du traitement thermique se traduisent par une diminution de la taille des arcs de cercle (Figure V- 24).



**Figure V- 24 : Synthèse dans le diagramme Cole-Cole des propriétés viscoélastiques mesurées au cours des paliers de température ascendants et descendants successifs (Chêne, fréquence : 1 Hz)**

L'ensemble de ces variations enregistrées au cours des montées successives à haute température laisse percevoir une possible évolution de la composition biochimique du matériau. La dégradation des propriétés du matériau suite à l'exposition à de fortes températures est flagrante. La dernière partie de ce paragraphe sera par conséquent entièrement dédiée à l'étude de la dégradation thermique à haute température en milieu aqueux.

2.2.2. Bois de Sapin

Les résultats obtenus pour le Sapin avec le même protocole expérimental que précédemment sont présentés sur les Figure V- 25 et Figure V- 26.

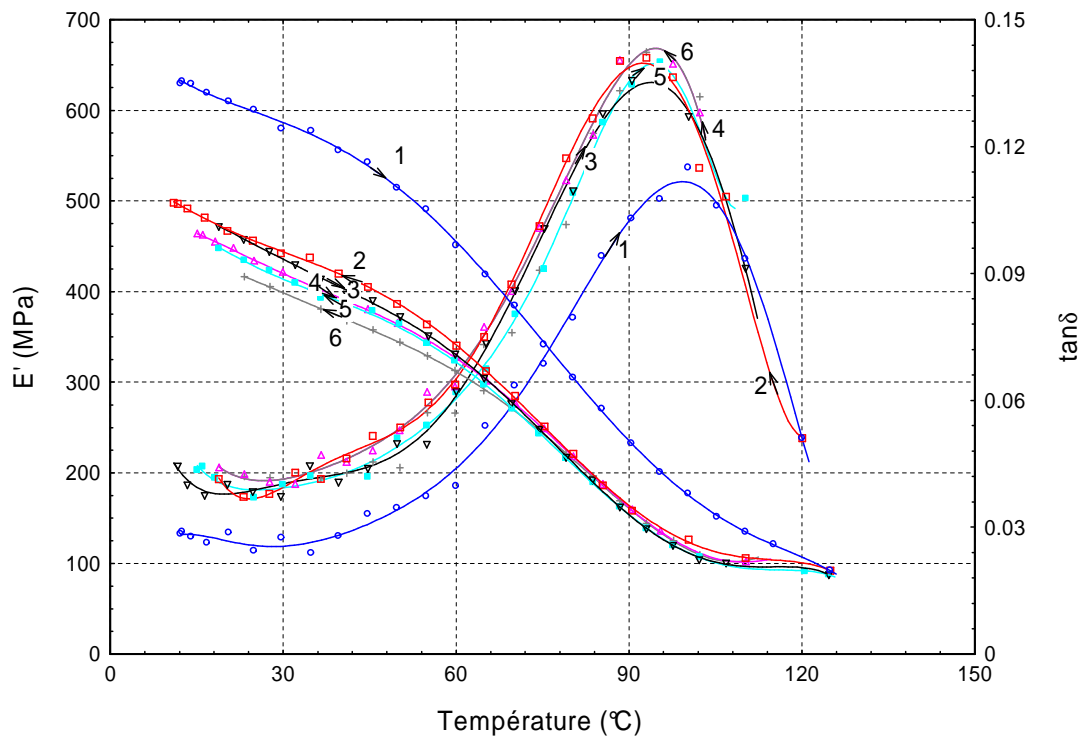


Figure V- 25 : Evolution du module de stockage et du facteur de perte d'un échantillon de Sapin lors de plusieurs échelons successifs de température ascendante et descendante (fréquence : 1 Hz)

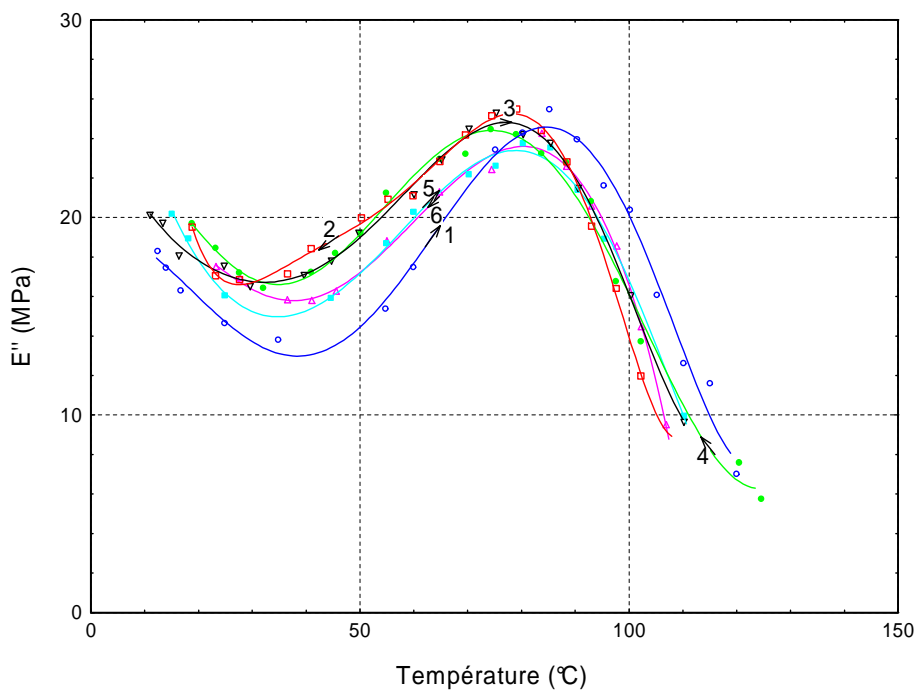


Figure V- 26 : Evolution du module de perte d'un échantillon de Sapin lors de plusieurs échelons successifs de température ascendante et descendante (fréquence : 1 Hz)

Le comportement de ce résineux lors de ces essais est différent de celui obtenu pour le Chêne. Des variations importantes de l'ensemble des propriétés viscoélastiques sont visualisées entre les deux premiers échelons ascendant et descendant. La première exposition à des températures sévères entraîne une diminution importante du module de stockage (environ -25% à 20°C), une augmentation de la valeur maximale du facteur de perte (de 0.115 à 0.141) et une diminution de la température de ramollissement de l'ordre de 4°C. Au fur et à mesure des « allers-retours » suivants les variations sont minimales.

Le comportement des feuillus et résineux testés est donc bien différent. Les résineux, avec une température de ramollissement initialement plus élevée que pour les feuillus, voient celle-ci diminuer de quelques degrés après une exposition à des fortes températures. Les modifications dues aux expositions ultérieures sont minimales. Contrairement aux résineux, la température de ramollissement des feuillus augmente au cours des expositions successives.

Pour conclure ce paragraphe sur l'activation thermique des propriétés viscoélastiques, nous pouvons dire que les températures de ramollissement souvent acceptées pour le bois humide, à savoir 60°C pour les feuillus et 90°C pour les résineux sont à nuancer. Les résultats obtenus à une fréquence de sollicitation de 1Hz révèlent une température de ramollissement des feuillus apparaissant entre 75 et 85°C, et de 85 à 100°C pour les résineux. Insistons encore sur les différences entre les directions matérielles.

Essence	Direction matérielle	
	Radiale	Tangentielle
Chêne	78	85
Epicéa	84	89
Sapin	94	98

***Figure V- 27 : Température de ramollissement de plusieurs essences de bois pour une fréquence de sollicitation de 1Hz***

Avant d'aborder le paragraphe traitant de la dégradation thermique du bois en milieu aqueux, nous proposons une investigation du comportement viscoélastique du bois pour des températures inférieures à 0°C.

### 2.3. Comportement viscoélastique du bois vert en dessous de 0°C

Le second module du WAVE<sup>T</sup> permet également de réaliser des mesures en dessous de 0°C. Par contre, ces essais ne peuvent être réalisés dans l'eau liquide pour ce niveau de température. Ainsi, une manipulation simple consiste à remplacer l'eau dans la partie inférieure de l'enceinte bi-climatique par de l'air régulé en température (Figure V- 28). L'état de saturation en eau des fibres de bois peut être maintenu lors des essais en enveloppant les échantillons prélevés dans du bois vert à l'aide de cellophane. En effet, le traitement par le froid des matériaux hygroscopiques conduit à leur séchage, le cellophane permet de s'opposer à la déperdition d'eau. Le liquide caloporteur utilisé pour thermostatier la partie inférieure de l'enceinte bi-climatique peut fonctionner pour des températures négatives (jusqu'à -33°C) et ainsi refroidir l'air dans la zone de conditionnement de l'échantillon (Figure V- 28).

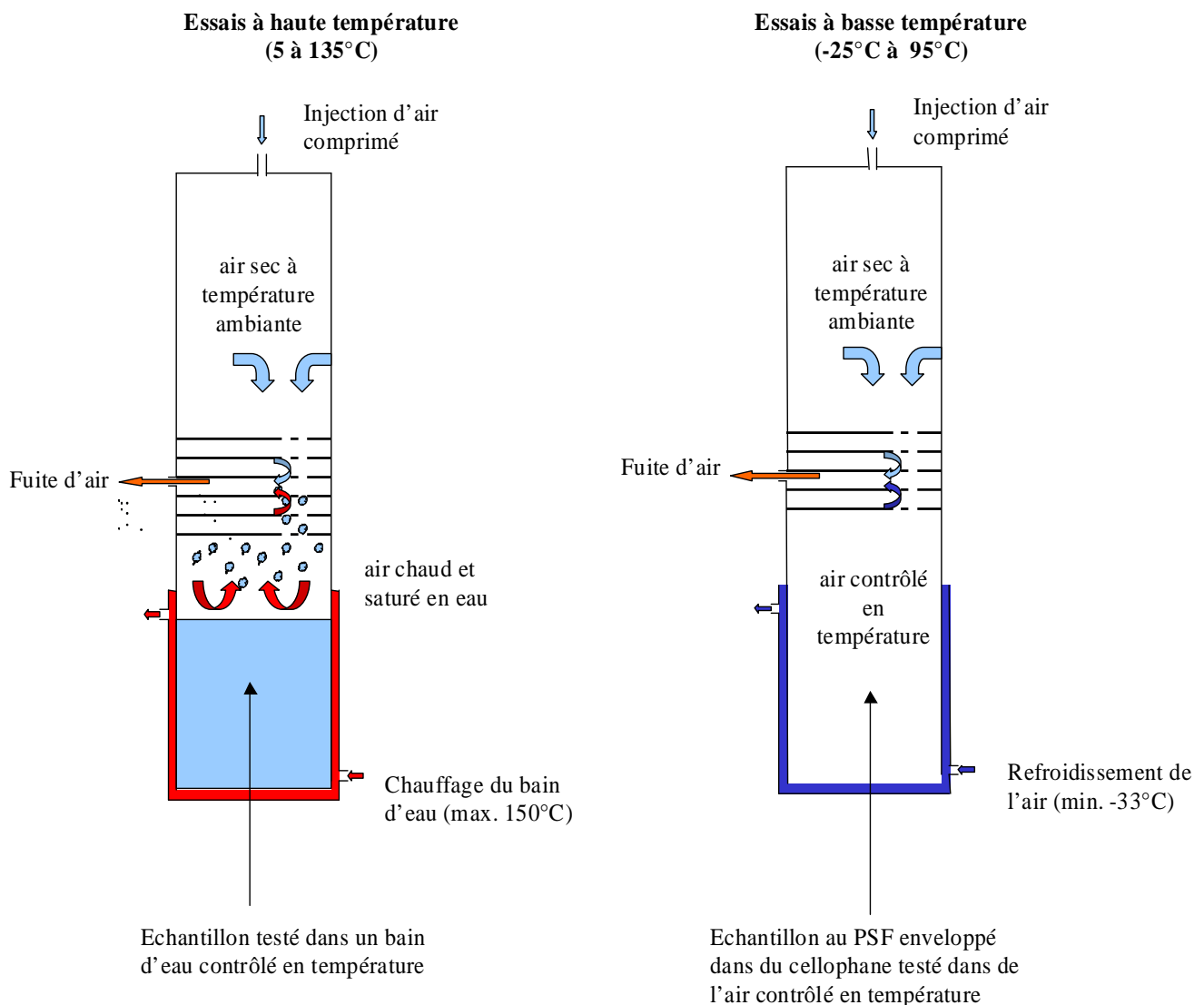
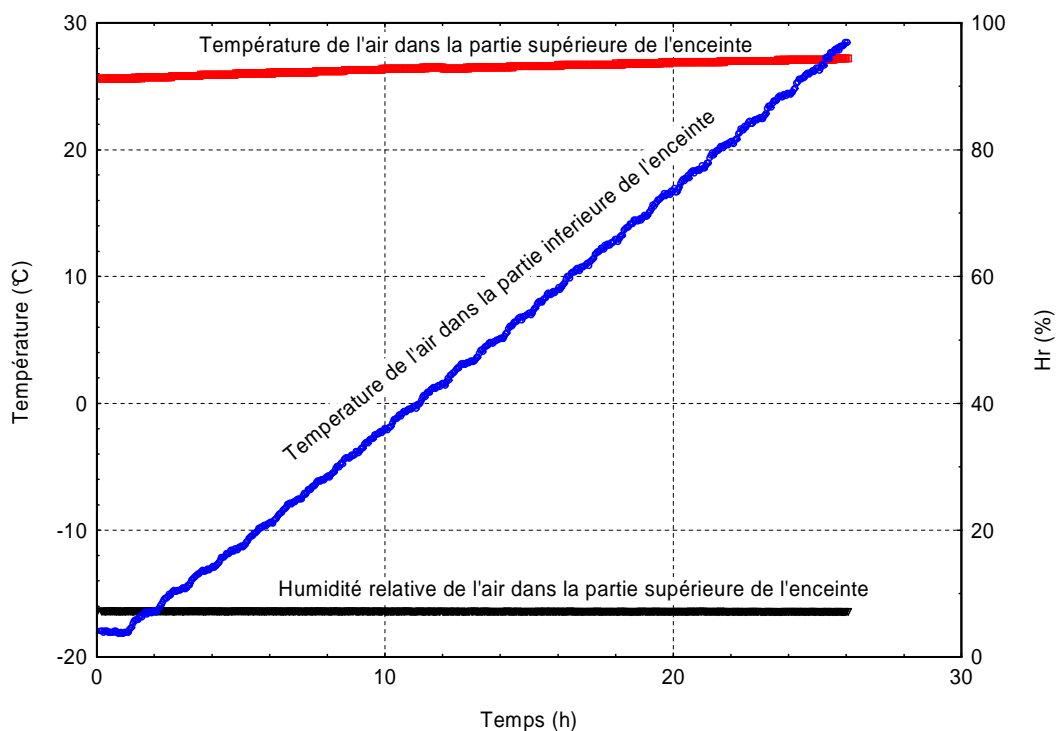


Figure V- 28 : Utilisation de la chambre bi-climatique pour des essais à faible température

La Figure V- 29 décrit l'évolution de la température et de l'humidité relative dans les parties supérieure et inférieure de l'enceinte lors d'un essai de  $-20^{\circ}\text{C}$  à  $+30^{\circ}\text{C}$  avec des paliers de température tous les  $2^{\circ}\text{C}$ . L'humidité relative et la température de l'air dans la partie supérieure de l'enceinte restent stables malgré les variations de température de l'air dans la partie inférieure.

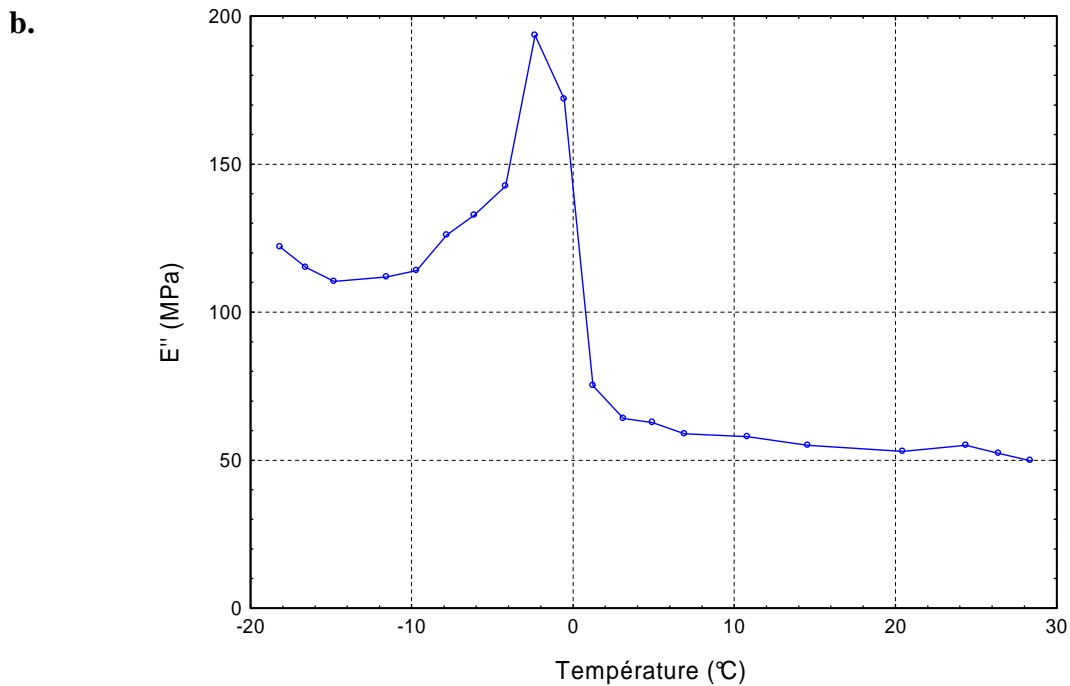
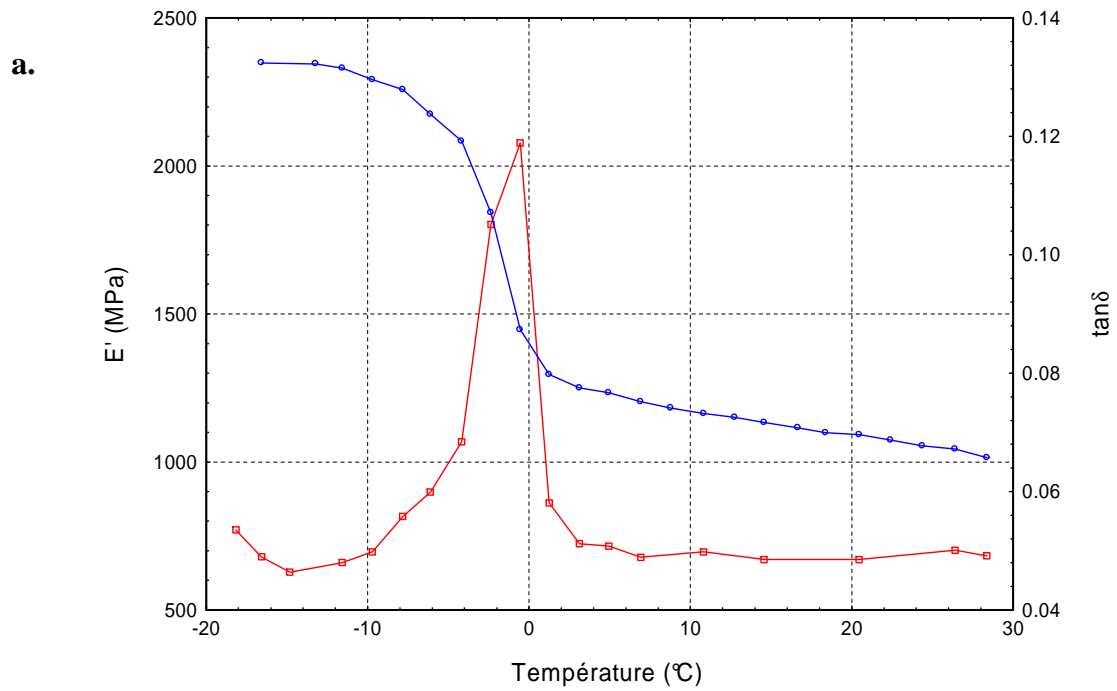


**Figure V- 29 : Evolution des conditions hygro-thermiques à l'intérieur de l'enceinte**

Ainsi, des échantillons de Chêne prélevés dans un billon de bois vert ont été testés dans ces conditions de faibles températures. Les échantillons, à une teneur en eau d'environ 52%, sont emballés dans du cellophane puis testés. Les propriétés viscoélastiques sont alors mesurées tous les deux degrés sur une plage de température variant d'environ  $-20^{\circ}\text{C}$  à  $+30^{\circ}\text{C}$ . Il est tout à fait possible de monter plus haut en température (jusqu'à  $150^{\circ}\text{C}$ ), seulement le comportement du bois a déjà été largement étudié sur cette plage dans les chapitres précédents, et c'est davantage le comportement en-dessous de  $10^{\circ}\text{C}$  que nous cherchons à caractériser.

Les graphes de la Figure V- 30 présentent les résultats de cette investigation. La reproductibilité de ces résultats a été vérifiée sur plusieurs échantillons jumeaux.



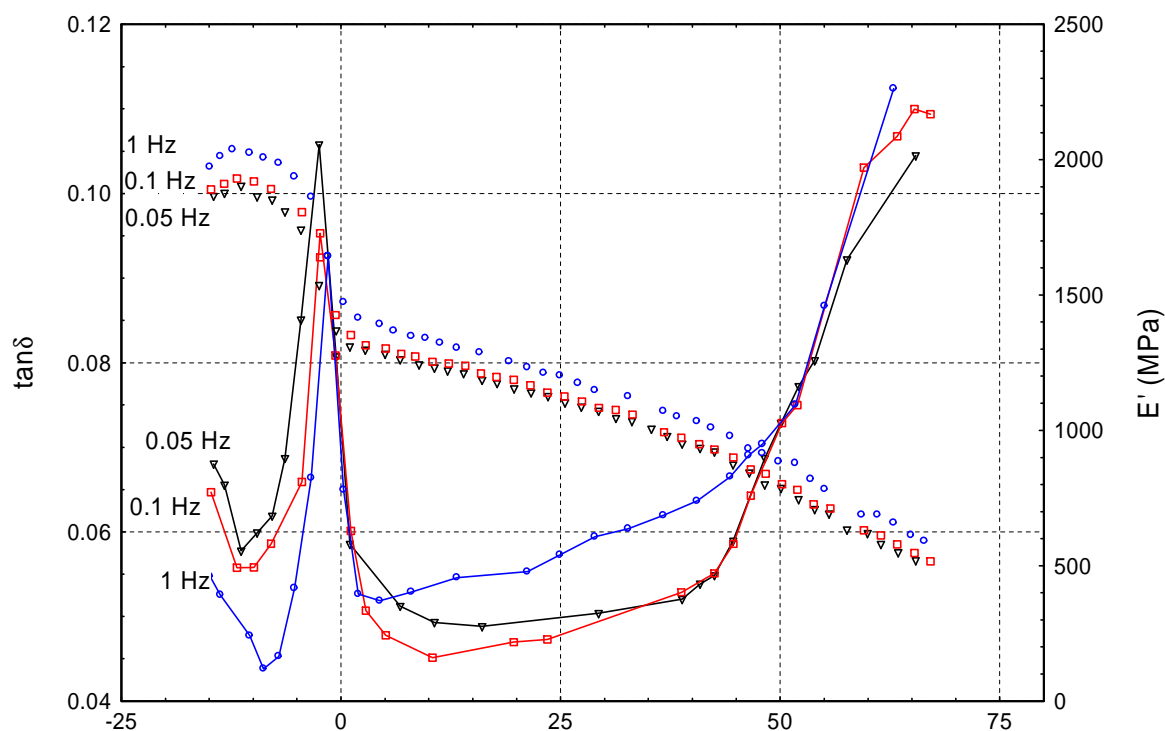


**Figure V- 30 : Evolution des propriétés viscoélastiques d'un échantillon de chêne prélevé dans du bois vert (MC : 52%) en direction radiale sur une plage de température de  $-20^{\circ}\text{C}$  à  $30^{\circ}\text{C}$  (fréquence de sollicitation 1 Hz). a- Evolution de  $E'$  et  $\tan \delta$  b- Evolution de  $E''$ .**

L'évolution des propriétés viscoélastiques met clairement en évidence l'existence d'une seconde zone de transition proche de 0°. Cette transition semble traduire des mouvements moléculaire de grande ampleur : une chute brutale de la rigidité (le module de stockage passe de 2350 MPa à -15°C à 1130 MPa à +15°C) associée à des pics de  $\tan\delta$  et de  $E''$ .

La bibliographie fait état d'un ramollissement du bois saturé en eau à ce niveau de température dû à la relaxation des hémicelluloses (Kelley *et al.*, 1987, Backmann et Lindberg, 2001). Cette transition dépendrait alors du type et surtout du poids moléculaire des hémicelluloses.

Cependant, l'étroitesse du pic de  $\tan\delta$  et la faible largeur de la plage de température sur laquelle la chute du module de stockage s'effectue, ne correspondent pas vraiment aux caractéristiques du phénomène de relaxation des hémicelluloses. Il est alors possible de s'interroger sur la nature de cette transition. La question est de savoir s'il s'agit de la transition vitreuse d'un polymère constitutif du bois (les hémicelluloses), s'il s'agit d'une transition secondaire, mettant en jeu des mouvement moléculaires de petite échelle (mouvements de rotation de groupes latéraux, transition de molécules d'eau...), ou s'il s'agit d'un mécanisme d'un autre type. Un moyen simple de répondre à cette question est d'effectuer un essai multifréquence (Figure V- 31).



**Figure V- 31 : Evolution du module de stockage et du facteur de perte d'un échantillon de chêne à une teneur en eau de 52% sollicité dans la direction radiale à diverses fréquences**

La Figure V- 31 montre clairement qu'il ne s'agit pas d'une transition principale ou secondaire. En effet, tout mouvement moléculaire représentatif d'une transition présente une

dépendance à la fréquence. Or, nous pouvons constater que le pic de  $\tan\delta$  ne dépend pas vraiment de la fréquence de sollicitation.

Des essais réalisés à divers teneurs en eau nous ont permis d'apporter des éléments de discussion supplémentaires.

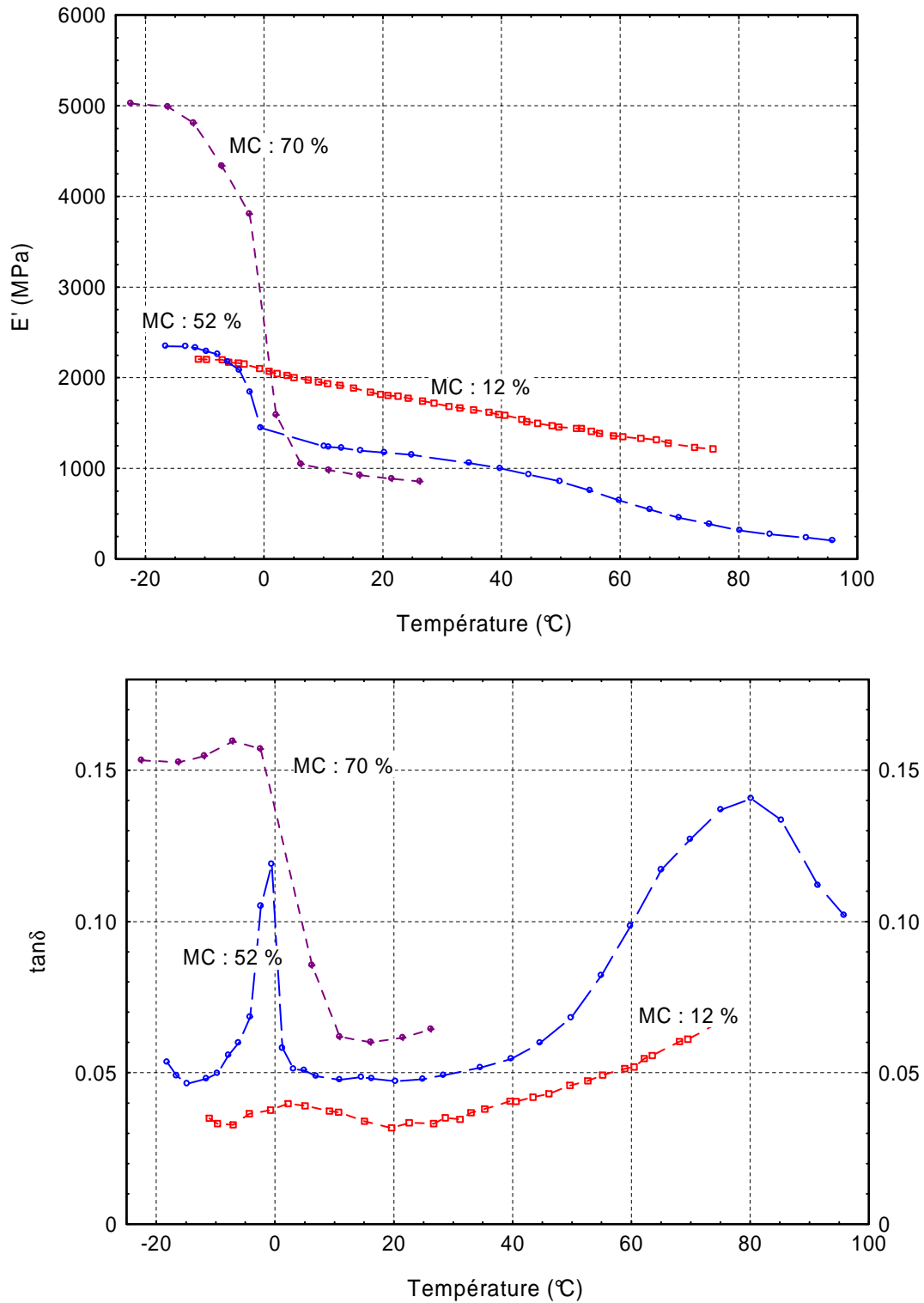


Figure V- 32 : Evolution du module de stockage et du facteur de perte d'un échantillon de chêne sollicité dans la direction radiale à une fréquence de 1 Hz à divers teneurs en eau

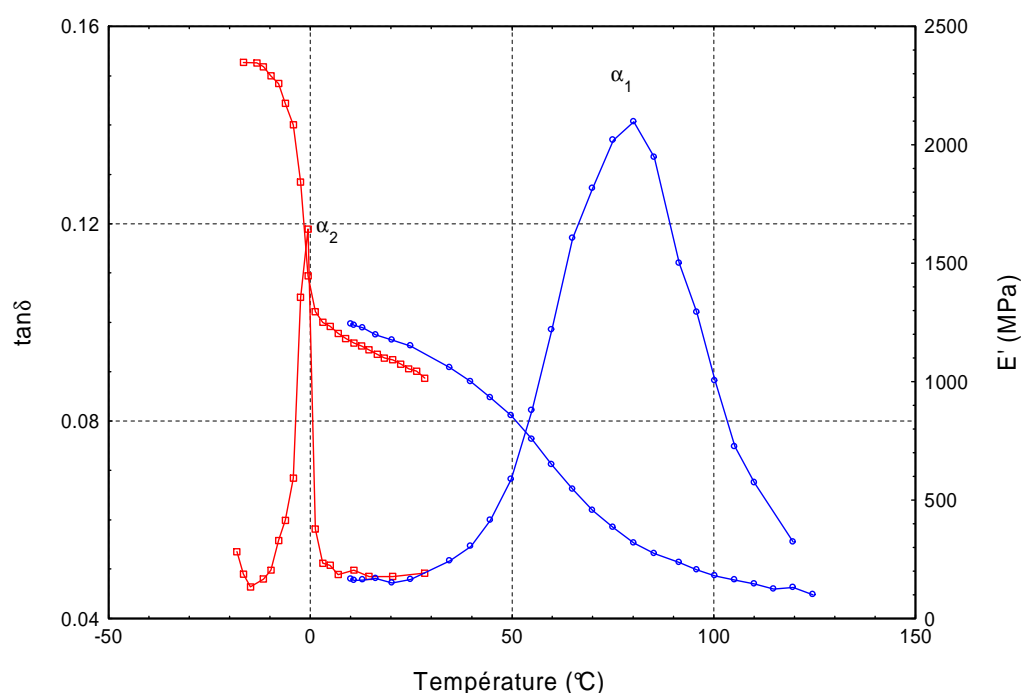
La Figure V- 32 permet d'apprécier les différences de propriétés enregistrées pour des échantillons à trois teneurs en eau différentes. A 70% de teneur en eau, l'expression de l'eau libre présente dans les pores du bois, et en particulier de sa solidification au voisinage de 0°C est flagrante. On constate qu'aux environs de -20°C, le module de stockage atteint une valeur de 5000 MPa, soit plus de deux fois plus importantes que pour un échantillon à environ 12% de teneur en eau. Cette augmentation de rigidité s'explique aisément par la solidification de l'eau dans les pores, qui vient consolider la structure ligneuse. Le coefficient de perte passe d'une valeur de 0.05 à 0.015 entre 10 et 0°C. Le niveau de frottement interne relativement élevé reste alors à peu près constant en-dessous de 0°C, traduisant alors certainement le frottement de la glace sur la paroi cellulaire des pores.

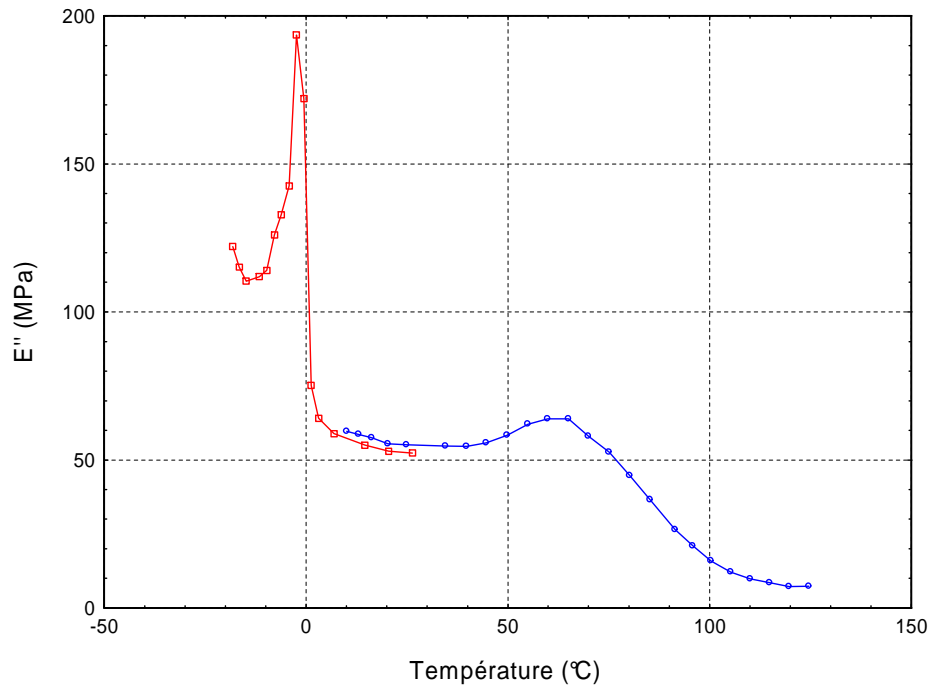
A 12% de teneur en eau, il est possible d'identifier aux environs de 0°C, une transition dont l'allure correspond relativement bien à celle de la relaxation des hémicelluloses décrite dans la littérature.

Pour le bois vert à 52%, le pic de  $\tan\delta$  pourrait correspondre à la superposition de deux phénomènes : la fusion de l'eau qui viendrait masquer ou se superposer à la transition des hémicelluloses.

Pour des raisons de commodité d'expression, la transition correspondant à la relaxation des lignines est notée  $\alpha_1$ , celle attribuée à ce deuxième mécanisme  $\alpha_2$ .

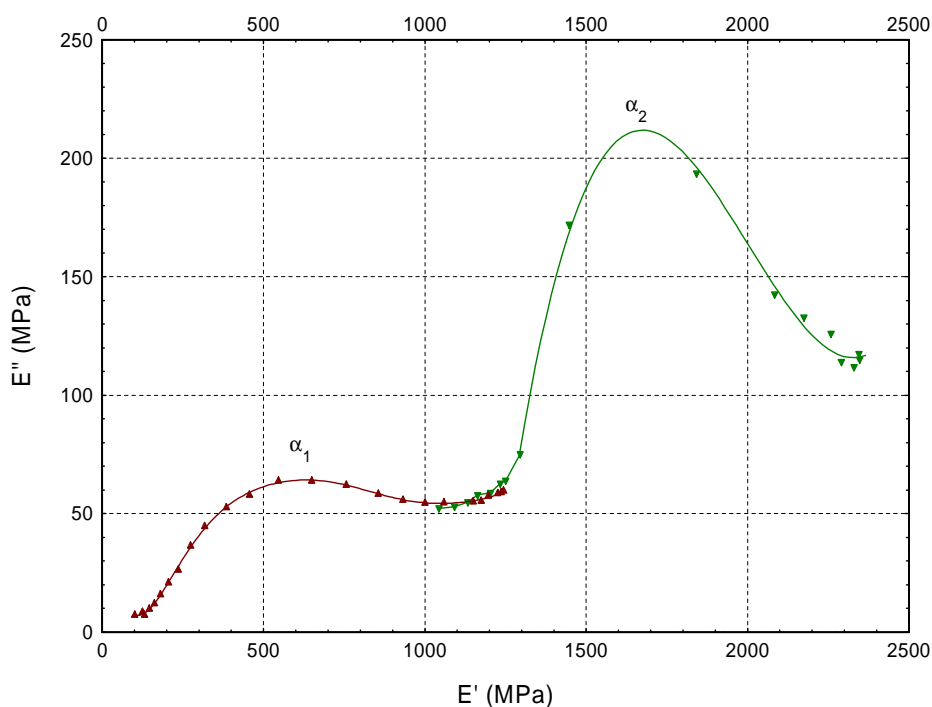
Il est alors possible de superposer les résultats obtenus à basse température à ceux obtenus à haute température. Rappelons qu'à basse température, les échantillons sont enveloppés dans du cellophane et testés dans un air régulé en température, et qu'à haute température les échantillons saturés en eau sont testés dans un bain d'eau régulé en température (Figure V- 33). Les échantillons de chêne utilisés pour ces deux séries de tests proviennent du même échantillonnage. La Figure V- 33 montre un bon niveau de correspondance entre ces deux séries de valeurs.





**Figure V- 33 : Superposition des propriétés viscoélastiques du bois de Chêne en direction radiale collectées à l'aide d'essais à basses et hautes températures (fréquence de sollicitation 1 Hz)**

Le décalage entre les deux courbes est minime sachant que deux échantillons différents sont utilisés pour collecter ces données. La transition  $\alpha_2$  se déroule sur une plage de température beaucoup plus étroite que  $\alpha_1$ . Le niveau de frottement interne est plus faible pour  $\alpha_2$  que  $\alpha_1$ . La synthèse des valeurs de modules dans le diagramme Cole-Cole permet de faire apparaître clairement les deux transitions (Figure V- 34). La forme de l'arc de cercle au niveau de la transition  $\alpha_2$  confirme l'amorce d'une troisième transition au niveau des très basses températures (inférieures à  $-25^\circ\text{C}$ ).



**Figure V- 34 : Superposition dans un diagramme Cole-Cole des propriétés viscoélastiques collectées à l'aide d'essais à basses et hautes températures pour du bois de Chêne en direction radiale à une fréquence de sollicitation de 1 Hz**

Aux environs de  $-20^{\circ}\text{C}$ , l'allure des courbes de module de perte et de facteur de perte laisse percevoir l'éventuelle présence d'une autre relaxation. Une transition à basse température a déjà été identifiée par Kelley *et al.* (1987) et Backman et Lindberg (2001) par DMTA sur des échantillons d'Épicéa et de Pin aux environs de  $-100^{\circ}\text{C}$ . Cette relaxation dépendrait étroitement de la teneur en eau du bois et est attribuée aux changements de site des molécules d'eau. La transition qui s'amorce sur les courbes de la Figure V- 30 pourrait ainsi correspondre à ces mouvements de molécules d'eau.

Pour compléter cette étude du comportement thermo-visco-élastique du bois, la dernière partie de ce chapitre propose une analyse de la dégradation thermique du bois saturé en eau.

### 3. Dégradation thermique du bois saturé en eau

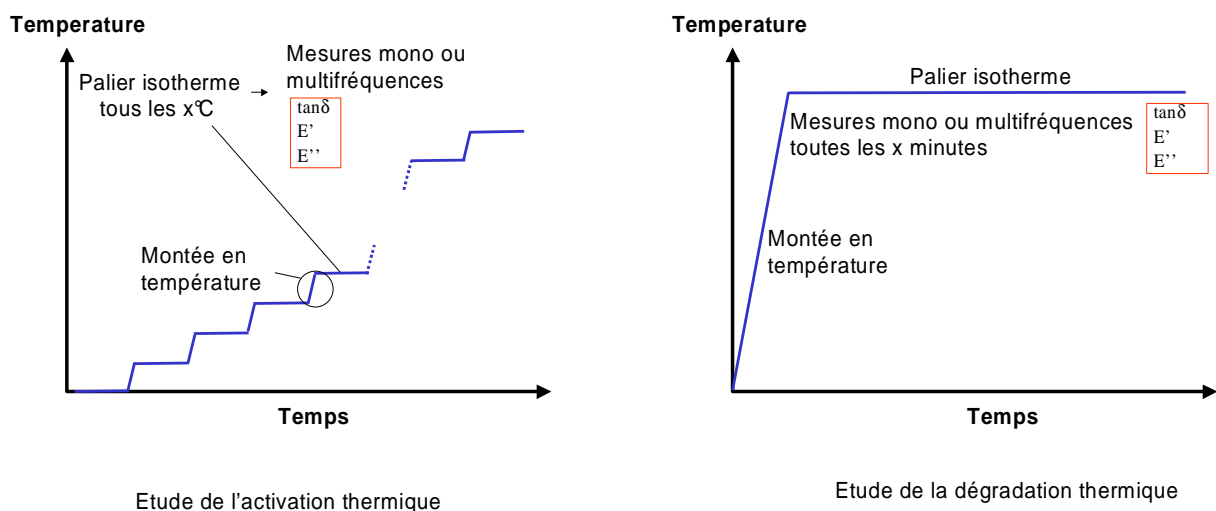
L'ensemble des résultats synthétisés dans les parties précédentes laisse penser qu'une partie de l'activation thermique apparente des propriétés viscoélastiques du bois résulte en partie d'une dégradation thermique. Celle-ci pourrait se traduire au niveau du bois par des modifications de l'organisation anatomique ou de la composition biochimique.

Pour le bois sec, la dégradation thermique apparaît pour des températures de l'ordre de 200°C. Seulement, ce niveau de température est largement plus faible dans le cas du bois humide, et d'après Passard & Perré (2004) serait perceptible à partir de 105°C. Des essais réalisés avec le module précédent du WAVE<sup>T</sup> jusqu'à 95°C sur du Hêtre ont révélé une décroissance linéaire des propriétés de rigidité en fonction du niveau de température et de la durée de l'exposition. Le module de stockage diminue d'environ 15% au bout d'un traitement de 8h à 93°C, pour la direction radiale comme pour la direction tangentielle. Ce résultat est certainement à attribuer à la dégradation thermique du bois.

Ainsi, ce dernier chapitre permet d'apprécier l'évolution des propriétés viscoélastiques, de l'anatomie et de la composition biochimique du bois soumis à des traitements thermiques en milieu aqueux à différents paliers de température. Deux essences tempérées ont été étudiées, un feuillu (le chêne) et un résineux (l'épicéa).

#### 3.1. Protocole expérimental

Le WAVE<sup>T</sup> permet de réaliser des mesures de dégradation thermique. Jusqu'à maintenant nous avons principalement suivi l'évolution des propriétés viscoélastiques en fonction de la température. Il est également possible de suivre l'évolution des propriétés viscoélastiques au cours du temps à un niveau de température constant (Figure V- 35).

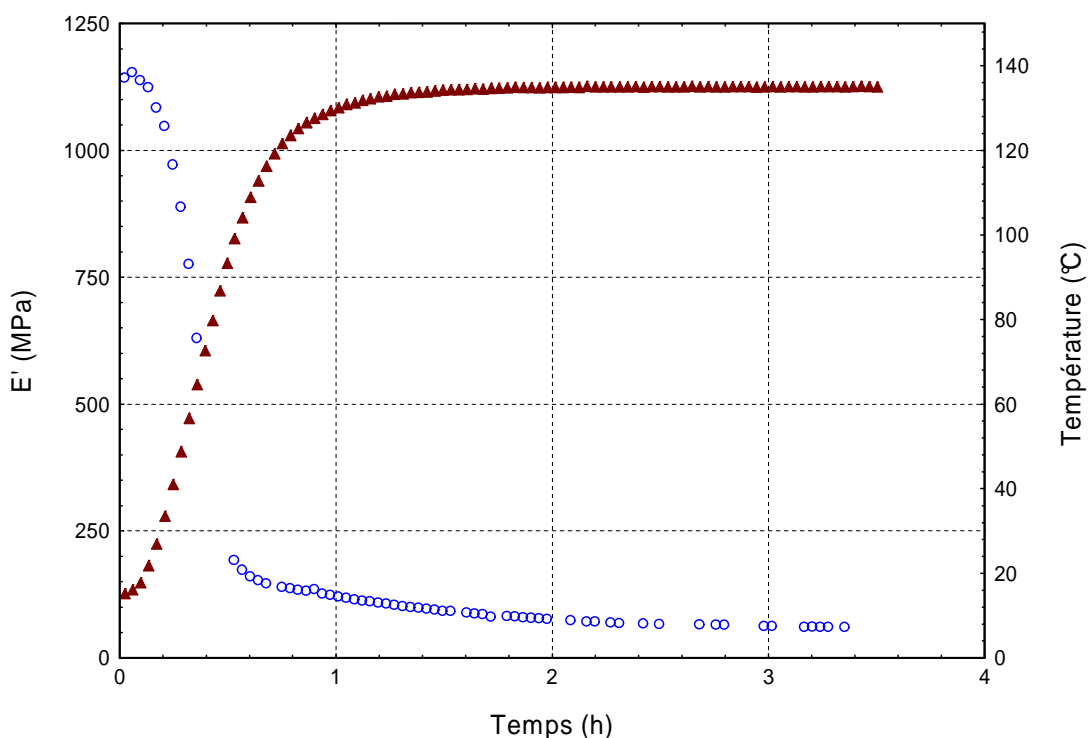


**Figure V- 35 : Comparaison des protocoles expérimentaux utilisés pour mesurer l'activation et la dégradation thermiques des propriétés viscoélastiques**

Comme nous l'avons précisé dans le paragraphe précédent, les propriétés viscoélastiques des matériaux dépendent directement de la vitesse du chauffage. Ainsi, dans les essais de dégradation, les propriétés viscoélastiques au début du palier isotherme vont dépendre directement de la vitesse de chauffage de la rampe de température ascendante. Dans notre cas, l'échantillon est chauffé à vitesse maximale et nous avons pris soin de réaliser toutes les mesures à cette même vitesse. Rappelons néanmoins qu'au-delà de la valeur absolue, c'est davantage l'évolution relative des propriétés qui nous intéressent.

A partir de la température ambiante il faut environ 1h30 pour atteindre une température stable de 135°C dans la chambre de conditionnement, soit une vitesse moyenne de chauffage d'environ 1.25°C/min (mais attention cette vitesse n'est pas vraiment linéaire). Durant cette période, il existe inévitablement une part de dégradation thermique du matériau.

Les propriétés viscoélastiques des échantillons sont mesurées toutes les deux minutes. La Figure V- 36 montre l'évolution du module de stockage d'un échantillon de Chêne lors de la mise à température.



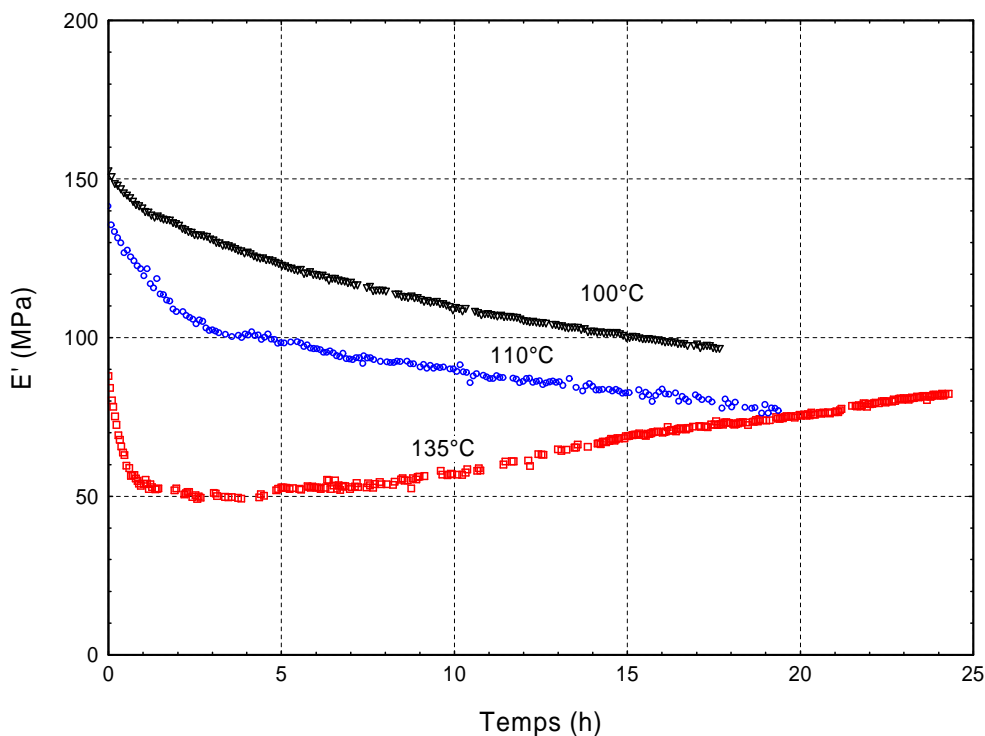
**Figure V- 36 : Evolution du module de stockage d'un échantillon de Chêne en direction radiale lors de la montée en température (fréquence : 1 Hz)**



### 3.2. Evolution des propriétés viscoélastiques, de l'anatomie et de la composition biochimique du bois au cours du traitement thermique en milieu aqueux

#### 3.2.1. Bois de Chêne

L'évolution du module de stockage au cours du temps au niveau des paliers isothermes inférieure à 120°C dévoile une chute des propriétés de rigidité (Figure V- 37). Ce phénomène est certainement dû à la dégradation des hémicelluloses par hydrolyse (Tjeerdsma et Militz, 2005, Wikberg et Maunu, 2004). En effet, il est bien connu que les hémicelluloses réagissent plus sensiblement que la cellulose durant le chauffage.



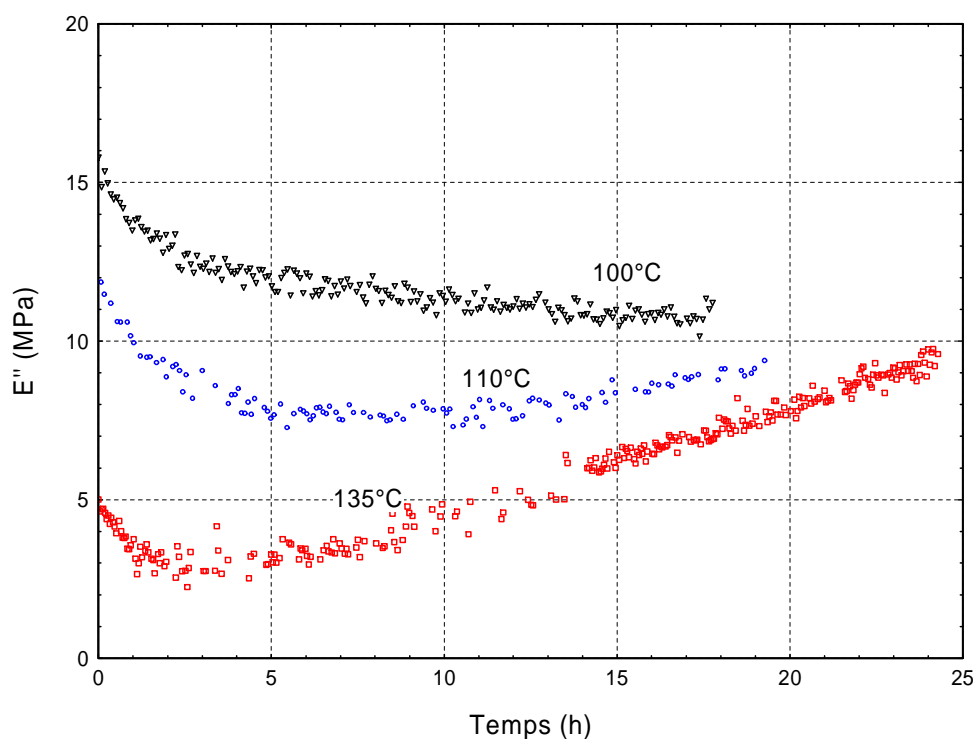
**Figure V- 37 : Evolution du module de stockage d'un échantillon de Chêne en direction radiale au cours du temps à divers paliers isothermes (100, 110 et 135°C) pour une fréquence de sollicitation de 1 Hz**

Notons que pour une température de 110°C, deux cinétiques de dégradation se distinguent. La diminution du module de stockage est exponentielle durant les quatre premières heures environ, puis semble linéaire durant les heures qui suivent.

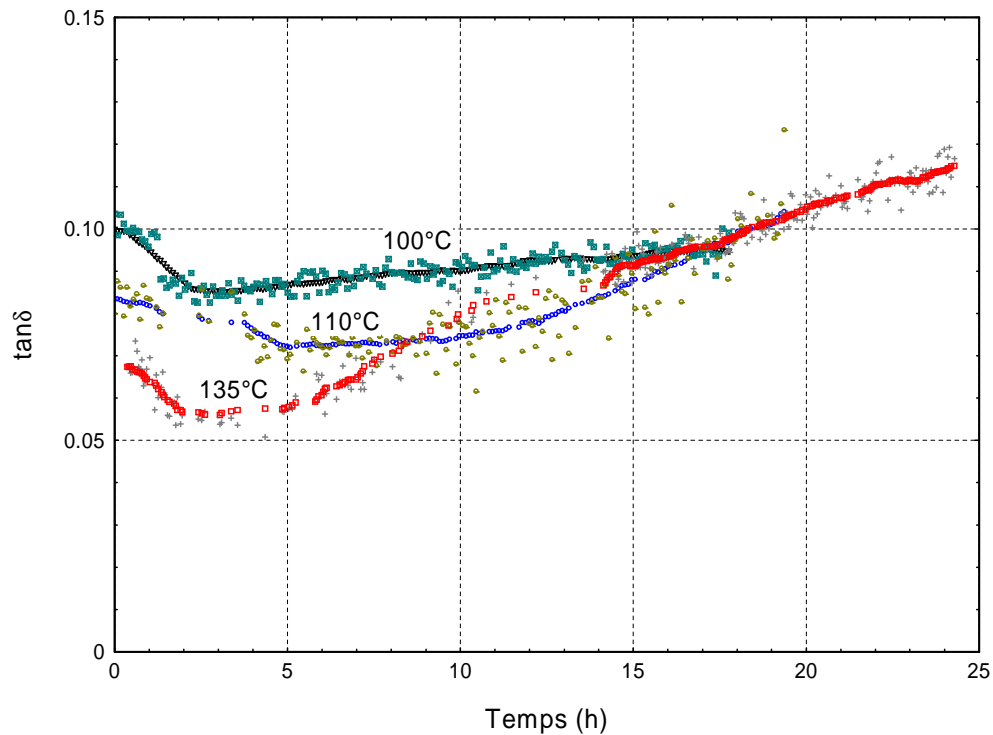
Un résultat assez surprenant est obtenu à 135°C. Après une décroissance du module de stockage durant les deux premières heures, la rigidité du matériau tend à croître de manière quasi-linéaire. Suite à une diminution d'environ 50% au bout de 3h de traitement thermique à 135°C, la rigidité du matériau au bout de 24h retrouve une valeur proche de celle de départ (à t=0). Ceci est attribué au phénomène de condensation des lignines. Effectivement, au-dessus de 120°C, pour du bois humide, la structure des lignines est altérée, et cette modification

consiste essentiellement en une condensation de type DPM (Diphénylméthane). La condensation des lignines est accélérée par la présence d'eau et également par la baisse du pH due aux acides organiques libérés lors de la dégradation des hémicelluloses (Funaoka *et al.*,1990)

Les Figure V- 38 et Figure V- 39 décrivent l'évolution du module de perte et du facteur de perte au cours du temps. La dispersion des valeurs est plus importante que dans le cas du module de stockage, du fait du mode de fonctionnement de l'appareil WAVE<sup>T</sup> (Cf. chapitre IV, répétabilité des mesures). Malgré cette dispersion les tendances sont facilement repérables. A 100°C, le module de perte chute selon une cinétique comparable à celle du module de stockage. Par contre, aux températures plus élevées, le module de perte diminue durant les premières heures (correspondant à la phase exponentielle de dégradation), puis augmente de manière d'autant plus importante que la température est forte.



**Figure V- 38 : Evolution du module de perte d'un échantillon de Chêne en direction radiale au cours du temps à divers paliers isothermes (100, 110 et 135°C) pour une fréquence de sollicitation de 1 Hz**



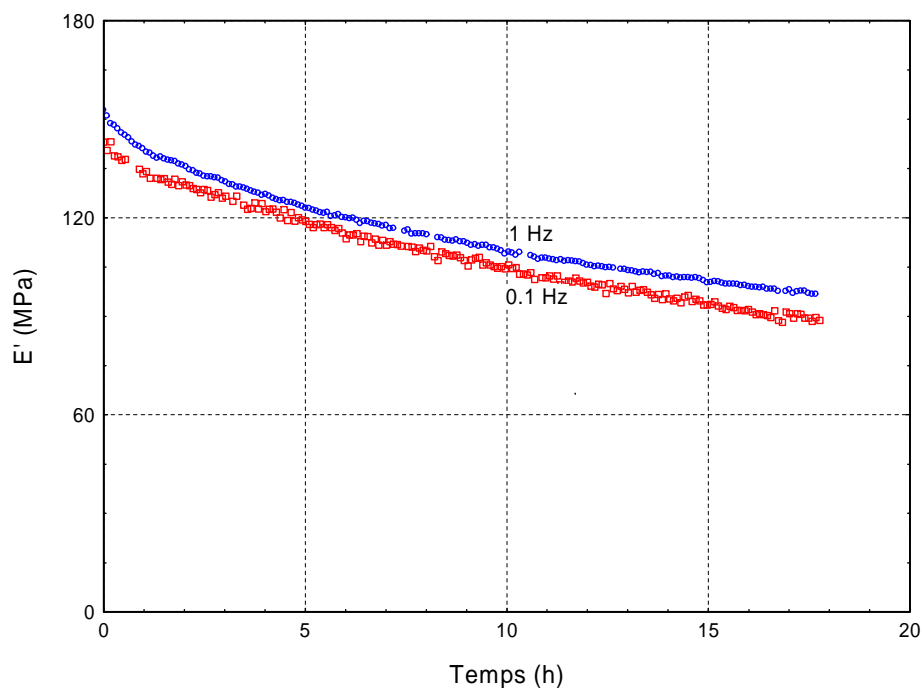
**Figure V- 39 : Evolution du coefficient de perte d'un échantillon de Chêne en direction radiale au cours du temps à divers paliers isothermes (100, 110 et 135°C) pour une fréquence de sollicitation de 1 Hz**

Pour le facteur de perte, les points expérimentaux sont lissés à l'aide de la méthode des moyennes flottantes, afin de faire ressortir l'évolution globale. Après une première phase de quelques heures durant laquelle le facteur de perte diminue, celui-ci augmente ensuite au cours du temps jusqu'à la fin du plateau de température. La diminution du  $\tan\delta$  est due à la dégradation des hémicelluloses, qui en diminuant la taille des chaînes de polymères tend à réduire la viscosité du matériau. La phase de remontée du facteur de perte traduit bien l'activation thermique, et doit certainement être attribuée également en partie à la condensation des lignines.

Ces résultats sont comparables à ceux obtenus sur du bois sec mais pour des niveaux de température inférieurs.

### ***Influence de la fréquence de sollicitation***

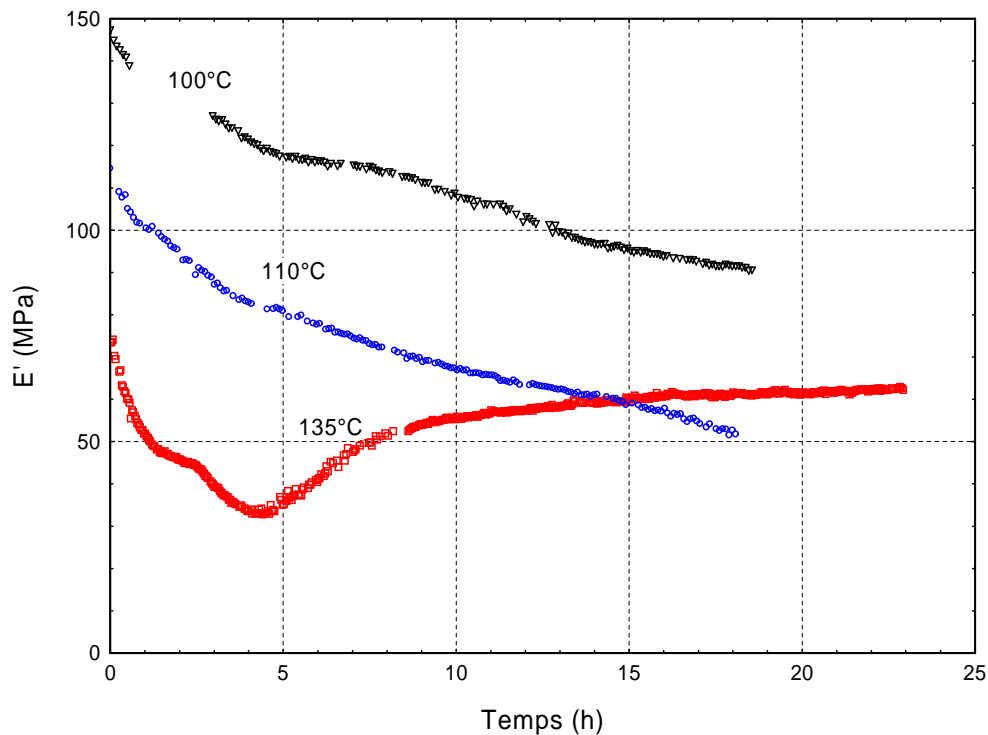
Il est également possible de s'interroger de l'effet de la fréquence de sollicitation sur l'évolution des propriétés viscoélastiques au cours des essais de dégradation. La Figure V- 40 montre que l'évolution du module de stockage est indépendante de la fréquence de sollicitation. Cette remarque est valable pour les différents plateaux de température considérés.



***Figure V- 40 : Evolution du module de stockage d'un échantillon de Chêne au cours du temps en fonction de la fréquence de sollicitation (1 et 0.1 Hz) pour un traitement thermique à 100°C***

### ***Influence de la direction matérielle***

Dans la direction tangentielle, les tendances sont à peu près les mêmes que dans la direction radiale (Figure V- 41). Notons tout de même que la première phase de dégradation exponentielle est un peu plus longue dans le cas de la direction tangentielle (4.5h contre 3.5h dans la direction radiale). L'allure de la courbe pour le palier à 135°C est également différente. Une fois le minimum de rigidité atteint au bout de 4.5h, le module de stockage augmente alors rapidement jusqu'à 8h, puis cette augmentation tend vers une asymptote horizontale.



**Figure V- 41 : Evolution du module de stockage d'un échantillon de Chêne en direction tangentielle au cours du temps à divers paliers isothermes (100, 110 et 135°C) pour une fréquence de sollicitation de 1 Hz**

Le Tableau V- 3 montre que le niveau de dégradation est du même ordre de grandeur dans les deux directions matérielles.

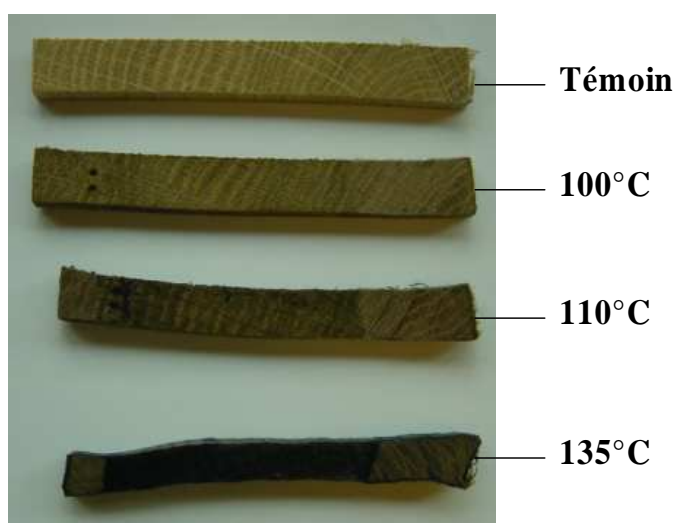
Temps (h)	R			T		
	100°C	110°C	135°C	100°C	110°C	135°C
0	153	141	88	147	115	73
0.5	-5%	-10%	-32%	-5%	-6%	-18%
3.5	-16%	-29%	-44%			
4.5				-19%	-29%	-55%
8	-25%	-35%	-39%	-23%	-37%	-30%
14	-33%	-40%	-25%	-34%	-46%	-18%
18	-37%	-45%	-17%	-37%	-52%	-15%
20		-46%	-15%			-15%
24			-7%			

**Tableau V- 3 : Evolution du module de stockage en fonction de la température et de la durée d'exposition pour des échantillons de Chêne prélevés dans les directions radiale et tangentielle (fréquence : 1 Hz)**

Suite à la description de ces phénomènes, il paraît intéressant d'analyser les différences macroscopiques et microscopiques existant entre les échantillons traités à différents niveaux de température.

### ***Observations macroscopiques***

Suite au traitement thermique les échantillons présentent des variations de coloration importantes (Figure V- 42). En effet, il est bien connu que le traitement thermique modifie fortement la couleur du bois dans la masse. Les échantillons sont d'autant plus foncés, du brun clair au noir cendré, que la température de traitement est élevée. Nous pouvons également constater que l'aspect et la texture du bois varient. Lors du séchage, ceux-ci se déforment fortement. Le retrait augmente avec la température. Ce phénomène peut être expliqué par un effondrement de la paroi cellulaire, le collapse, facilité par la perte de rigidité des parois.



***Figure V- 42 : Aspect des échantillons radiaux de Chêne après traitement thermique en milieu aqueux à divers paliers de température pendant une vingtaine d'heures, puis séchage.***

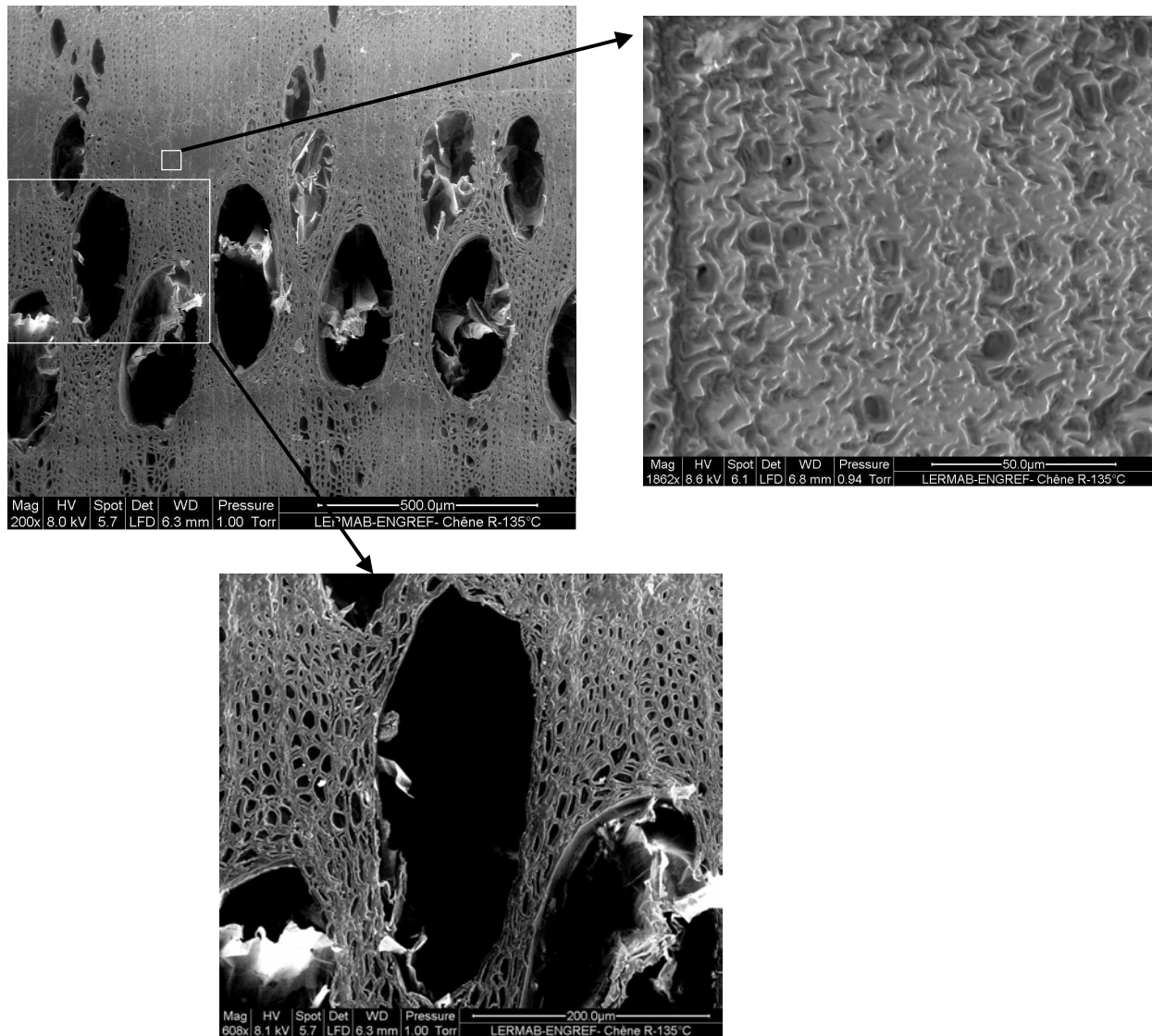
### ***Observations microscopiques***

Des observations au microscope électronique environnemental à balayage permettent de témoigner des modifications du plan ligneux engendrées par une exposition prolongée à une forte température. Les images sont réalisées sur un bois qui a séché à température ambiante après le traitement thermique en milieu aqueux.

Ces images confirment la présence de collapse subodoré lors de l'examen microscopique. Comme le précisent Passard & Perré (2004), le collapse est un indicateur de l'activation thermique mais aussi de la dégradation thermique. La diminution des propriétés de rigidité des parois lors de la relaxation des lignines (activation thermique) fait que les cellules ne sont plus capables de supporter la pression capillaire à l'intérieur des lumens. La dégradation des macromolécules constituant la paroi et en particulier des hémicelluloses conduit à une diminution de la résistance mécanique des parois et donc à son effondrement.

Les vaisseaux sont ovalisés comme si le bois avait été comprimé latéralement, aboutissant à un allongement de ceux-ci selon la direction radiale (Figure V- 43). Chez le Chêne, le parenchyme est paratrachéal, les vaisseaux ne disposent donc pas d'éléments de soutien dans leur entourage, ce qui permet une déformation relativement aisée. Les thylles ne semblent que

faiblement altérés par le traitement thermique. Les zones de fibres constituent des « points durs » où les parois cellulaires de celles-ci semblent avoir « fusionnées ». La distinction des limites de paroi (lamelle mitoyenne) devient difficile, donnant au bois, par endroit, l'aspect d'un polymère fondu.



*Figure V- 43 : Images microscopiques d'un bois de Chêne traité à 135°C en milieu aqueux pendant 24 heures (ESEM, LERMAB, clichés F.Huber)*

### *Analyses biochimiques*

L'effet du traitement thermique sur la composition et la structure biochimique du bois a été étudié pour les différents échantillons testés. Un dosage des sucres a été réalisé par l'équipe « Parois végétales et matériaux fibreux » de l'INRA Reims sous la responsabilité de **Brigitte Chabbert** et la détermination du taux et de la structure des lignines par l'Unité Chimie Biologique INRA/INAPG sous la responsabilité du **Professeur C.Lapierre**.

Les échantillons broyés ont été extraits (appareil de Soxhlet) par des solvants éthanol/toluène (1/2, v/v), éthanol, puis eau. Le résidu pariétal représente 83 à 89% de l'échantillon initial. Il apparaît que la teneur en extractible est plus faible dans les échantillons traités le plus sévèrement.

Les dosages en sucres et en lignines ont ensuite été effectués en double sur les parois extraites. La teneur en lignines a été définie par la méthode de Klason, la quantification des monosaccharides par Chromatographie Haute Performance à Echange d'Anions (HPAEC) et détection par ampérométrie pulsée (DIONEX). Les résultats sont synthétisés dans le Tableau V-4.

Il apparaît que le traitement thermique enrichit les échantillons traités en lignine et en cellulose de manière significative pour les échantillons traités à 135°C. Au bout de 2h à 135°C, l'enrichissement en lignine est de l'ordre de 4 à 8%, après 24h de traitement de l'ordre de 20 à 24%. Pour la cellulose, la teneur augmente de 16 à 21% au bout de 2h à 135°C, d'environ 47% au bout de 24h. Cet enrichissement en lignines et en cellulose est dû à la dégradation sélective des polysacchrides. En effet, on constate que la teneur en hémicellulose décroît sensiblement en fonction de la sévérité du traitement. Cette diminution est de l'ordre de -55 à -60% pour un traitement de 24h à 135°C.

		Cellulose (%)		Hémicelluloses (%)		Lignines (%)	
Radiale	Témoin	41.2 <i>1.29</i>		28.8 <i>1.21</i>		23.0 <i>0.04</i>	
	100°C - 18h	42.1 <i>1.0</i>	<b>2.2%</b>	28.7 <i>0.87</i>	<b>-0.3%</b>	24.0 <i>0.12</i>	<b>4.4%</b>
	110°C - 19h	46.1 <i>1.79</i>	<b>12.0%</b>	27.0 <i>0.83</i>	<b>-6.3%</b>	23.4 <i>0.03</i>	<b>1.9%</b>
	130°C - 4h	49.0 <i>1.23</i>	<b>19.1%</b>	21.0 <i>0.61</i>	<b>-27.0%</b>	24.3 <i>0.18</i>	<b>5.9%</b>
	135°C - 2h	48.1 <i>0.56</i>	<b>16.9%</b>	21.3 <i>0.30</i>	<b>-26.0%</b>	24.9 <i>0.09</i>	<b>8.4%</b>
	135°C - 24h	60.6 <i>2.06</i>	<b>47.1%</b>	13.0 <i>0.52</i>	<b>-54.8%</b>	28.5 <i>0.07</i>	<b>23.8%</b>
Tangentielle	Témoin	40.8 <i>0.12</i>		29.1 <i>0.35</i>		24.0 <i>0.02</i>	
	135°C - 2h	49.4 <i>2.04</i>	<b>21.1%</b>	20.6 <i>1.07</i>	<b>-29.1%</b>	25.1 <i>0.16</i>	<b>4.3%</b>
	135°C 23h	60.2 <i>0.24</i>	<b>47.5%</b>	12.2 <i>0.19</i>	<b>-57.9%</b>	29.2 <i>0.09</i>	<b>21.7%</b>

**Tableau V- 4 : Evolution de la teneur en cellulose, hémicelluloses et lignine en fonction de la sévérité du traitement hygrothermique (les chiffres en italique apparaissant sous les teneurs correspondent à l'écart moyen).**

La teneur en lignine figurant dans le tableau correspond au dosage des lignines acido-insolubles. Un taux de lignine acido-soluble variant de 0.5 à 2% a été mesuré pour les différents échantillons testés. Les différences de la somme des teneurs des composants constitutifs par rapport à 100% s'expliquent par les écarts à la moyenne et également par cette fraction de lignines acido-soluble non prise en compte dans la teneur en lignine.



Le rendement et la nature des lignines ont été déterminés par thioacidolyse, méthode utilisée antérieurement pour la caractérisation de la délignification kraft (Gellerstedt *et al.*, 1984) et du traitement thermique de réification (Vallet *et al.*, 2001).

Il apparaît que les lignines natives de chêne sont essentiellement constituées d'unités G et S, accompagnées d'une faible proportion d'unités H. D'après le Tableau V- 5 la lignine des échantillons témoins est constituée de 70% d'unités S, d'environ 30% d'unités G et de moins de 1% d'unités H. Le rapport S/G diminue lorsque la sévérité du traitement augmente.

		%H	%G	%S	S/G
R	Témoin	0.78	29.0	70.2	2.42
	100°C 18h	0.82	32.7	66.4	2.03
	110°C 3h	0.85	31.3	67.8	2.16
		19h	0.87	32.1	67.0
	130°C 4h	0.92	32.8	66.2	2.02
	135°C 2h	0.99	33.4	65.6	1.97
24h		0.72	40.5	58.7	1.45
T	Témoin	0.56	29.6	69.8	2.36
	135°C 2h	0.76	33.5	65.8	1.97
		23h	0.53	38.7	60.8

**Tableau V- 5 : Pourcentages en produits monomères H, G et S issus du bois des échantillons testés**

Ces unités sont liées par liaisons éthers relativement labiles (liaisons  $\beta$ -O-4) et par des liaisons résistantes (liaisons condensées). La dégradation thermique des lignines se fait par deux mécanismes : la rupture des liaisons  $\beta$ -O-4 et l'enrichissement en liaisons condensées. Pour les témoins, environ 70% des unités sont liées uniquement en  $\beta$ -O-4, plus que 20% sont liées par ce type de liaison après environ 24 heures de traitement à 135°C (Figure V- 44).

La structure des lignines change donc au cours du traitement avec une augmentation de la fréquence des liaisons résistantes et une diminution du rapport S/G.

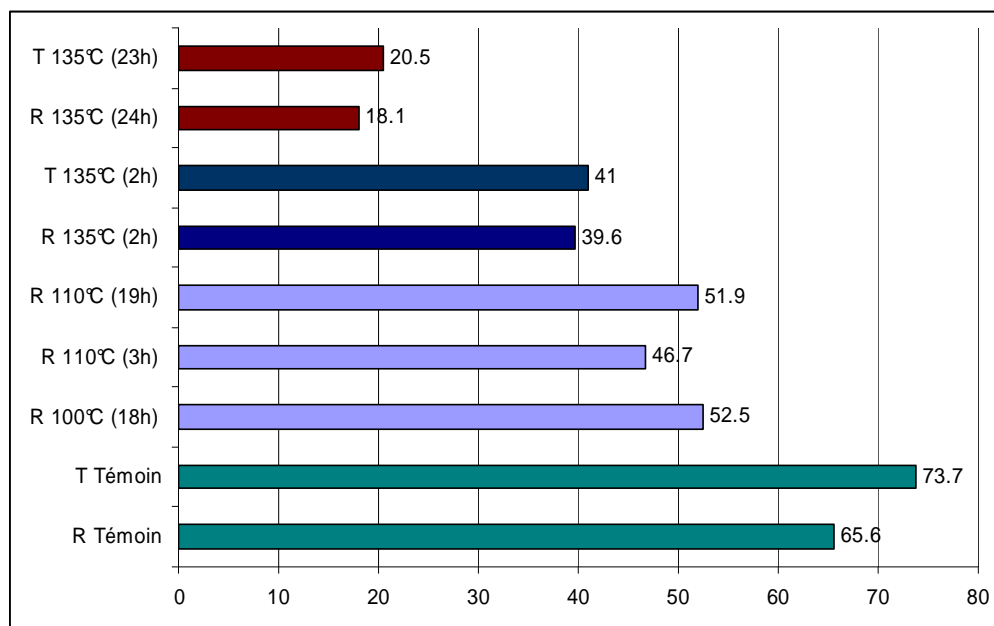


Figure V- 44: Pourcentage d'unités liées uniquement par liaisons  $\beta$ -O-4

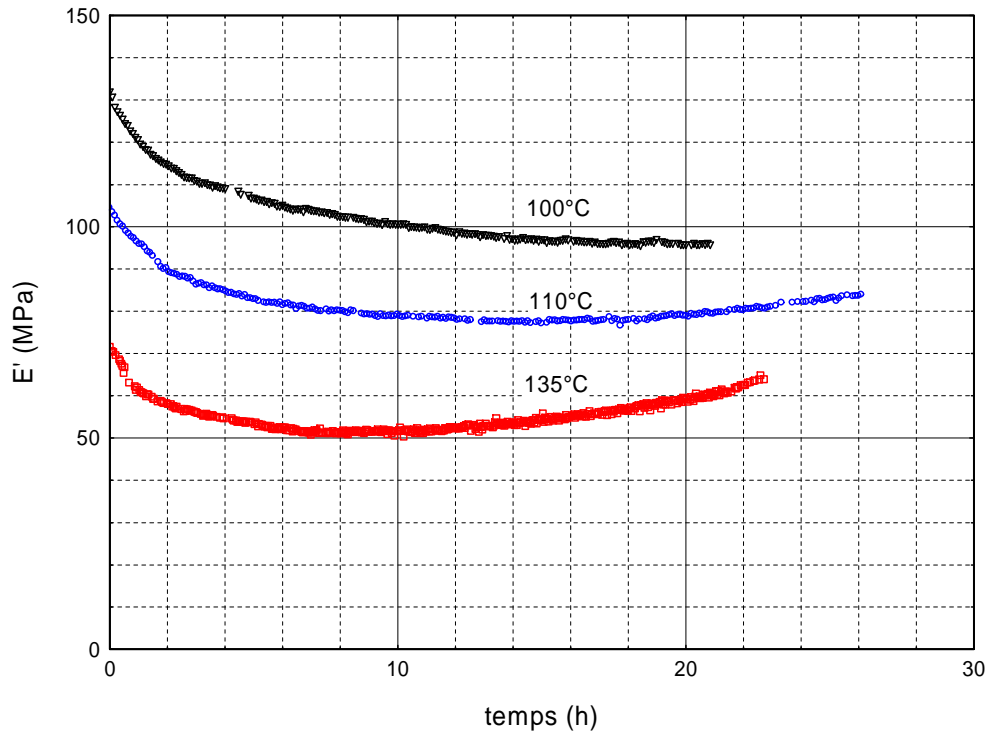
Ces éléments expliquent les résultats enregistrés au cours des paliers ascendants et descendants de température. Suite à la première exposition aux fortes températures, la structure des lignines devient plus rigide avec la formation de liaisons condensées, le réseau macromoléculaire est donc moins flexible, la température de ramollissement de ce bois modifié est ainsi déplacée vers les hautes températures. Les expositions suivantes aux conditions sévères de températures accentuent le mécanisme de condensation des lignines.

### 3.2.2. Bois d'Epicéa

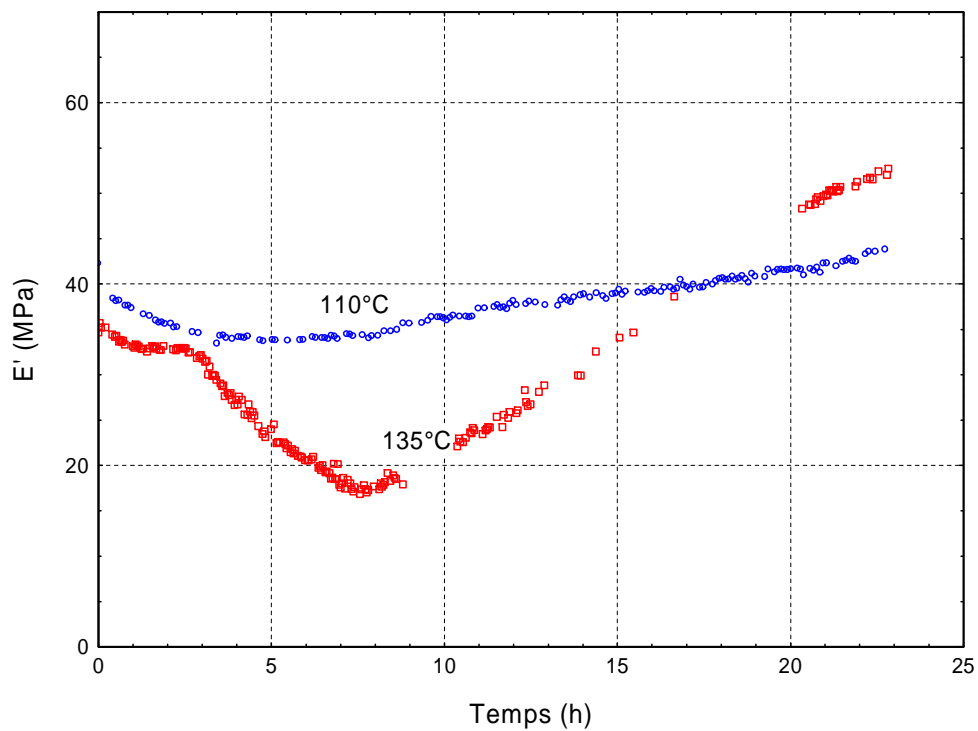
La cinétique de dégradation de l'Epicéa est différente de celle du Chêne (Figure V- 45 et Figure V- 46). Dans les premières heures l'évolution de la courbe du module de stockage en fonction du temps est exponentielle, puis la rigidité tend à augmenter très progressivement. La remontée est d'autant plus forte que la température de traitement est élevée. A 100°C, on ne peut pas parler d'augmentation de la rigidité sur cette période d'observation, la courbe tend vers une asymptote.

Le comportement dans la direction tangentielle pour cet Epicéa est assez différent de celui visualisé dans la direction radiale. A 110°C, après une chute de rigidité de l'ordre de 20%, celle-ci remonte au cours du temps, jusqu'à dépasser la valeur initiale (à t=0).

A 135°C, après une faible décroissance du module de stockage durant les trois premières heures, la rigidité chute pour atteindre -50% au bout de 8h. A partir de cet instant, le module de stockage croît fortement de manière linéaire jusqu'à 22h, temps à partir duquel la courbe semble tendre vers une asymptote.

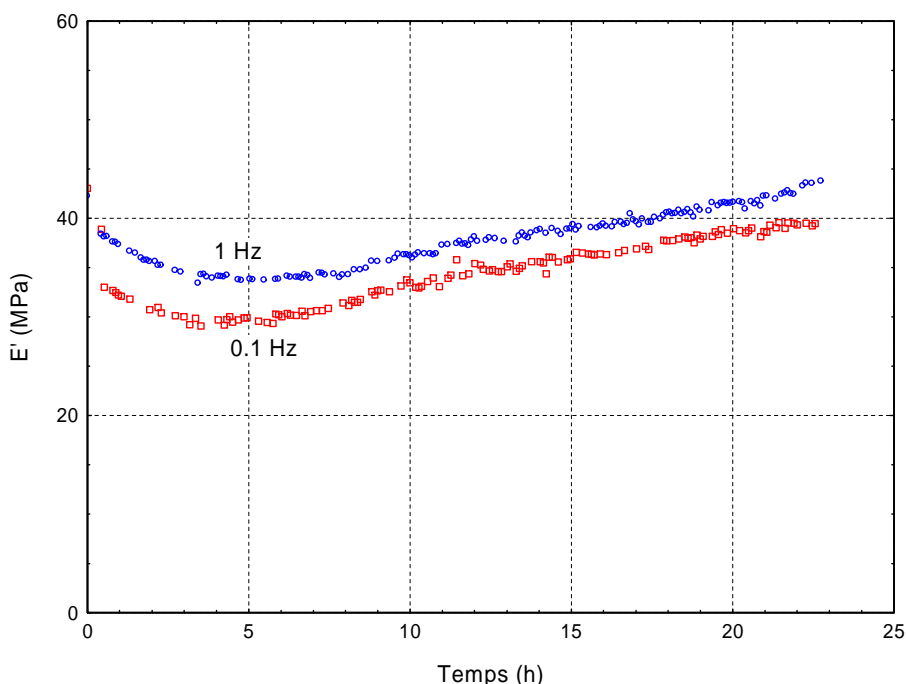


*Figure V- 45 : Evolution du module de stockage d'un échantillon d'Épicéa en direction radiale au cours du temps à divers paliers isothermes (100, 110 et 135°C) pour une fréquence de sollicitation de 1 Hz*



*Figure V- 46 : Evolution du module de stockage d'un échantillon d'Épicéa en direction tangentielle au cours du temps à divers paliers isothermes (110 et 135°C) pour une fréquence de sollicitation de 1 Hz*

Comme pour le Chêne la fréquence de sollicitation ne semble pas avoir d'influence sur l'évolution relative des propriétés viscoélastiques (Figure V- 47).



**Figure V- 47 : Evolution du module de stockage d'un échantillon d'Épicéa au cours du temps en fonction de la fréquence de sollicitation (1 et 0.1 Hz) pour un traitement thermique à 110°C (échantillon de la direction tangentielle)**

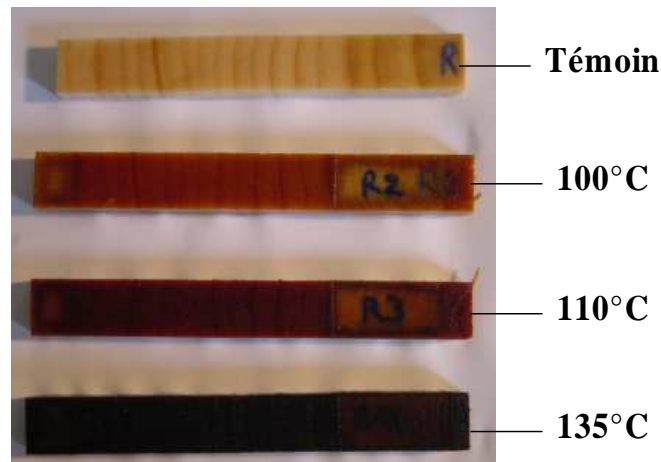
Le Tableau V- 6 synthétise de manière chiffrée l'évolution du module de stockage à différents temps du traitement thermique, en fonction de la direction matérielle et de la température.

Temps (h)	R			T	
	100°C	110°C	135°C	110°C	135°C
0	132 (MPa)	104 (MPa)	72 (MPa)	42 (MPa)	35 (MPa)
0.5	-5%	-5%	-8%	-10%	-3%
2	-13%	-14%	-19%		
3				-19%	-9%
4	-17%	-19%	-25%		
8	-23%	-23%	-29%	-19%	-51%
12	-26%	-25%	-28%	-10%	-26%
16	-27%	-27%	-24%	-7%	6%
20	-27%	-24%	-18%	0%	37%
24		-21%			
26		-19%			

**Tableau V- 6 : Evolution du module de stockage en fonction de la température et de la durée d'exposition pour des échantillons d'Épicéa prélevés dans les directions radiale et tangentielle (fréquence : 1 Hz)**

**Observations macroscopiques**

Comme pour le Chêne, nous pouvons observer une forte évolution de la couleur du bois en fonction de la température de traitement (Figure V- 48).



**Figure V- 48 : Aspect des échantillons d'Épicéa de la direction radiale, saturés en eau, après traitement à différentes températures pendant une vingtaine d'heures**

Il est également possible de remarquer une évolution des dimensions des échantillons qui se traduit globalement par un retrait (Tableau V- 7). Le volume saturé des échantillons a été mesuré avant et après le traitement thermique par la méthode de la poussée d'Archimède. Le volume saturé diminue d'environ 2 à 4% en fonction de la température de traitement. Au niveau directionnel, le retrait est d'autant plus important dans la longueur de l'échantillon que la température est élevée. Pour des conditions de traitement identiques, le retrait est plus important pour les échantillons de la direction tangentielle que pour ceux de la direction radiale. L'évolution de l'épaisseur et de la largeur des échantillons en fonction de la température est moins claire.

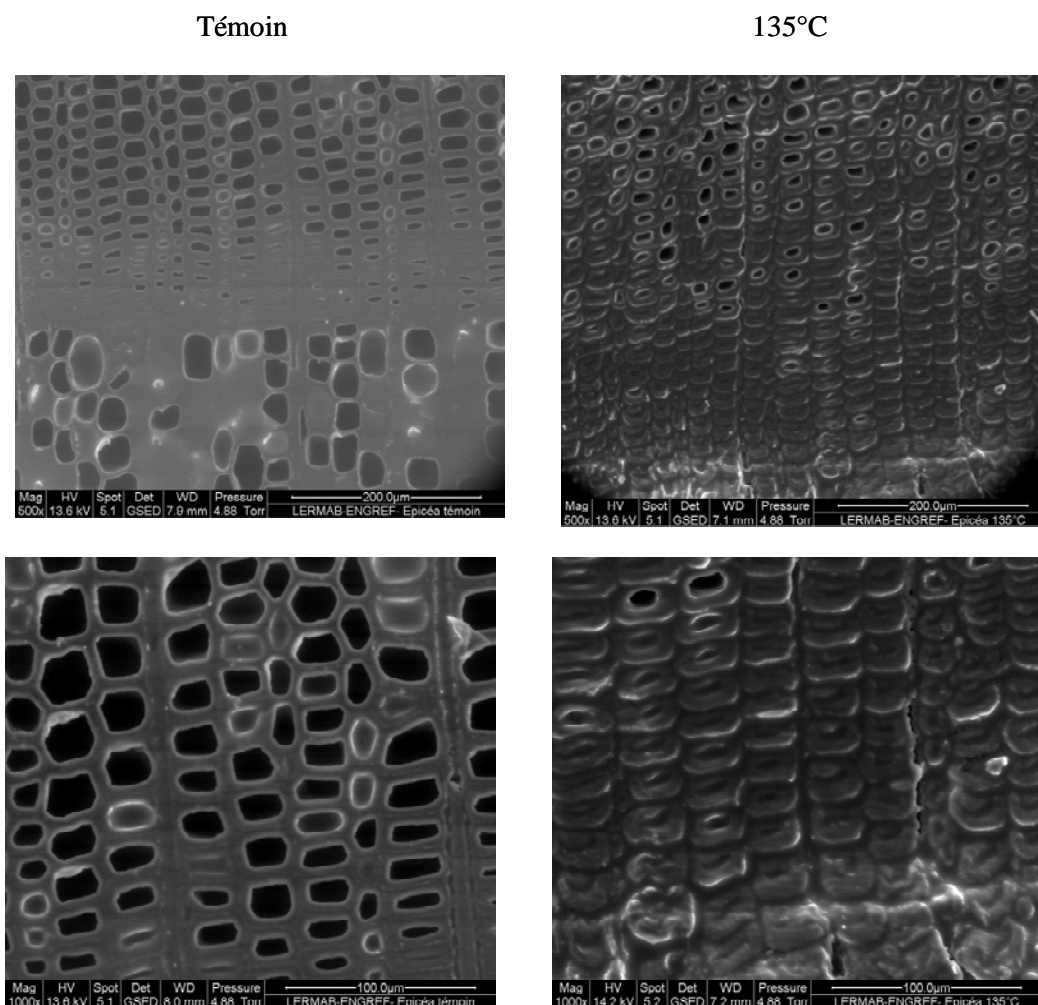
Pour le calcul de l'infradensité, la masse anhydre est mesurée après séchage en étuve suite au traitement thermique. La valeur de l'infradensité après traitement thermique est comparée à celle d'un échantillon témoin n'ayant subi aucun traitement. Les variations de volume saturé étant relativement faibles, les différences d'infradensité sont à attribuer essentiellement aux variations de masse. Pour un essai de 24h à 135°C, la perte de masse est donc de l'ordre de 25%.

	Température	Infradensité	Volume saturé	L	b	h
R	100°C (21h)	-5%	-3,1%	-0,1%	0,5%	-0,4%
	110°C (26h)	-8%	-4,0%	-0,2%	0,0%	0,7%
	135°C (24h)	-23%	-3,7%	-0,5%	-1,2%	-0,3%
T	110°C (24h)	-5%	-2,4%	0,4%	-0,7%	-0,6%
	135°C (24h)	-21%	-3,7%	-0,8%	-1,3%	-0,4%

**Tableau V- 7 : Evolution de l'infradensité et des dimensions des échantillons avant et après traitement thermique**

### **Observations microscopiques**

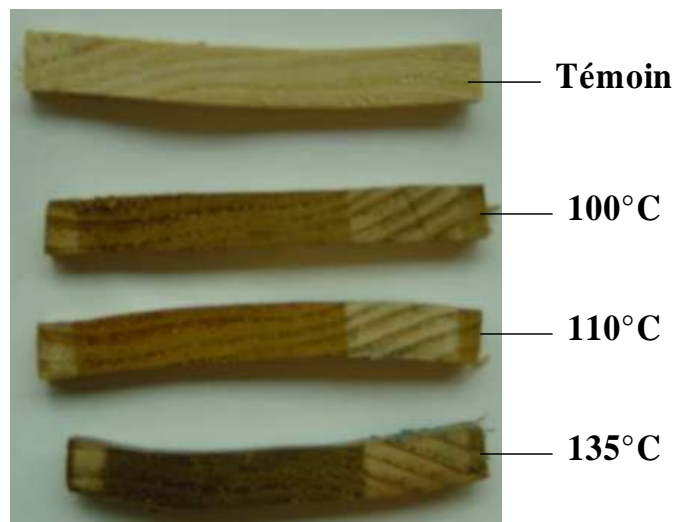
La Figure V- 49 montre des observations réalisées à l'ESEM sur des échantillons d'Epicéa saturés en eau avant et après traitement thermique.



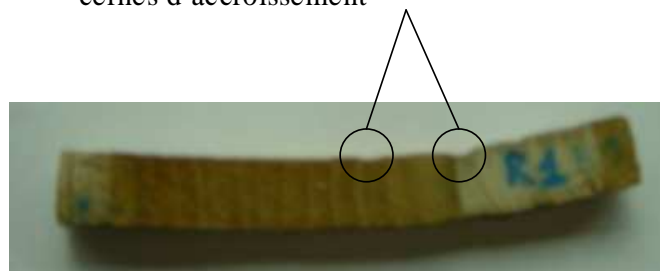
***Figure V- 49 : Images microscopiques du bois d'Epicéa saturé en eau avant et après traitement thermique à 135°C en milieu aqueux pendant 24 heures (ESEM, LERMAB, clichés F.Huber)***

La déformation des cellules après traitement est flagrante. Les cellules sont aplaties dans la direction radiale, les vides cellulaires des cellules de bois final ont quasiment disparu, la lamelle mitoyenne est partiellement dégradée n'assurant plus la cohésion entre les cellules. L'ensemble de ces remarques est particulièrement vrai pour le bois final, les cellules du bois initial semblent moins affectées. Les rayons ligneux unisériés sont fortement dégradés. Ceux-ci n'assurent donc plus vraiment leur rôle de renforcement mécanique dans la direction radiale. Le retrait dans cette direction est ainsi limité dans une moindre mesure. Le fait que ces éléments anatomiques soient davantage dégradés par la chaleur peut s'expliquer par la faible épaisseur de la paroi de ces cellules de parenchyme.

L'ensemble de ces modifications cellulaires se traduit au niveau macroscopique, lors du séchage des échantillons, par de fortes déformations. Les images de la Figure V- 50 en témoignent.



Effondrement du bois initial des  
cernes d'accroissement



*Figure V- 50 : Aspect des échantillons d'Epicéa traités thermiquement après séchage*

## **CONCLUSION**

A ce jour, nous disposons d'un appareil d'analyse mécanique dynamique puissant spécialement adapté aux spécificités du bois, le WAVE<sup>T</sup>. La conception et la réalisation d'une chambre de conditionnement pressurisée permettant de mener des essais en milieu aqueux au-dessus de 100°C ont permis d'accéder à des résultats qui étaient inespérés aux prémices de ces travaux de thèse. Grâce à cet appareil, il est possible d'effectuer des mesures en routine et ainsi de caractériser rapidement le comportement viscoélastique des matériaux hygroscopiques.

Les principaux résultats provenant de l'analyse harmonique du bois vert à une fréquence de 1 Hz sur plusieurs essences tempérées sont les suivants.

Deux transitions principales du bois humide peuvent être identifiées sur la plage de température -20°C / +135°C. Une zone de ramollissement principale, relativement large est localisée entre 70 et 100°C en fonction des essences de bois. Celle-ci est attribuée à la transition vitreuse des lignines. La température de ramollissement des résineux, due à la relaxation des lignines, est localisée dans une fourchette de 85 à 100°C, celle des feuillus entre 75 et 85°C. Indépendamment de l'essence, le ramollissement apparaît dans la direction tangentielle à une température supérieure d'environ 5°C à celle de la direction radiale.

Une autre zone de ramollissement, avec un mécanisme moins étalé, est identifiée aux environs de 0°C. D'après les données bibliographiques, ce ramollissement serait dû à la relaxation des hémicelluloses. La valeur relativement faible du  $\tan\delta$  indique que les glissements moléculaires sont moins importants que dans le cas de la lignine.

La température active les propriétés viscoélastiques du bois jusqu'à un certain niveau à partir duquel la température conduit à une dégradation du matériau.

Parmi les trois polymères constitutifs du bois, les hémicelluloses sont les plus sensibles à la dégradation thermique. La thermolyse des hémicelluloses pour le bois humide est sensible à l'échelle de la dizaine d'heures à partir d'environ 80-90°C, et leur dégradation est d'autant plus importante que la température est élevée. A partir de 110°C pour les résineux et de 120°C pour les feuillus, la thermolyse des hémicelluloses s'accompagne d'une condensation des lignines. Pour ces températures, les propriétés de rigidité du matériau qui avait d'abord chuté du fait de la dégradation des hémicelluloses augmentent ensuite au cours du temps.

Pour le chêne, l'enrichissement en lignine dû à la dégradation des polysaccharides est alors significatif pour des températures de l'ordre de 130°C et peut atteindre une valeur proche de +25% au bout de 24 heures de traitement. Les analyses biochimiques montrent que la structure des lignines change avec une augmentation de la fréquence des liaisons condensées et une diminution du rapport S/G, corrélée à la sévérité du traitement.

L'ensemble de ces modifications biochimiques engendre des variations irréversibles du comportement rhéologique du matériau. Pour le Chêne, le traitement thermique sévère



conduit à une diminution de la flexibilité du réseau macromoléculaire et donc à une augmentation de la température de ramollissement, pouvant atteindre 24°C après trois expositions courtes successives. Quant aux résineux, les lignines natives fortement réticulées, semblent plus flexibles après une exposition aux fortes températures. Des liaisons réticulées pourraient être brisées par le traitement. Une analyse biochimique des échantillons résineux permettra d'appuyer ou d'invalider cette hypothèse.

**CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES**



Les travaux et recherches menés au cours de ce dernier demi-siècle témoignent de l'intérêt porté à la rhéologie du bois par les communautés scientifiques des contrées forestières, et en particulier des pays scandinaves, nord-américains ou encore asiatiques. Depuis les premiers travaux majeurs dans cette discipline (Goring 1963 ; Schniewind 1968), les progrès sont notables et l'état des connaissances dans ce domaine a largement évolué. Il reste cependant des éléments encore inexpliqués et vivement discutés au sein de cette communauté scientifique, du fait de la complexité du bois. Le comportement de ce matériau composite anisotrope résulte en effet de la combinaison des comportements individuels des polymères constitutifs. Viennent s'ajouter à cette hétérogénéité, une grande variabilité (due à son origine végétale) ainsi qu'une forte dépendance à la température, à la teneur en eau, au temps et à l'histoire du bois, qui rendent toute investigation concernant ce matériau particulièrement délicate.

A la faveur des érudits du matériau bois, les progrès technologiques, instrumentaux et informatiques de la fin du XX<sup>ème</sup> siècle ont donné accès à des outils puissants permettant de mieux caractériser et modéliser le comportement de ce matériau complexe. Ainsi, dans ce contexte, le LERMAB (Laboratoire d'Etudes et de Recherches sur le Matériau Bois) s'efforce de développer depuis maintenant plusieurs années, des dispositifs expérimentaux spécialement adaptés à la caractérisation du comportement physico-mécanique du bois. Une partie de ces appareillages est dédiée à la rhéologie du bois.

Ce travail de thèse représente une contribution à l'étude du comportement viscoélastique du bois vert dans le plan transverse. Il s'intègre dans la continuité des travaux initiés au LERMAB durant la dernière décennie et s'appuie sur une somme considérable d'expériences antérieures. Une première approche expérimentale, précédant cette thèse, avait permis de caractériser le comportement viscoélastique du bois vert par des essais mécaniques quasi-statiques (fluage en autoclave, Passard & Perré, 2005). L'objectif de cette thèse est de caractériser le comportement du bois vert par des essais harmoniques. En effet, bien que leur mise en œuvre dans des conditions hygro-thermiques contrôlées soit plus délicate, les essais harmoniques présentent l'avantage majeur de découpler les effets du temps et de la température. Une part importante de cette thèse a consisté à développer un dispositif expérimental assurant l'analyse mécanique dynamique du bois vert dans le plan transverse. Lors de la conception de ce dispositif, l'accent a été porté sur la rigueur mécanique. Il est également bon de souligner les dispositions particulières adoptées pour répondre aux spécificités du matériau bois et en particulier au niveau de son anisotropie et de son hygroscopie. Il résulte de ce travail un appareil extrêmement performant capable de réaliser des essais en routine sur du bois saturé en eau entre 0°C et 135°C.

En outre, la chambre de conditionnement pressurisée conçue spécialement pour les mesures au-dessus de 100°C dans l'eau liquide permet également de réaliser des essais sur le bois sec entre -25°C et 150°C. La littérature étant déjà extrêmement abondante, très peu de mesures ont été réalisées dans ces conditions anhydres. Notons également que l'utilisation des propriétés viscoélastiques anhydres dans les procédés de transformations est de moindre intérêt.

Aux dépens de longues réflexions et de réalisations expérimentales perfectionnées, les plages de fréquence et de température ont été élargies par rapport aux appareils d'analyse mécanique dynamiques classiques de manière à pouvoir caractériser le comportement du bois pour des temps caractéristiques et des plages de températures correspondant aux procédés de transformations du bois. Une attention particulière a été portée au niveau du traitement des données afin de s'affranchir des problèmes de résonance.

Les campagnes d'essais ont permis de mettre en exergue l'activation thermique des propriétés viscoélastiques. Diverses essences tempérées (feuillus et résineux) ont été testées. Le bois saturé en eau est caractérisé par un ramollissement principal survenant entre 60°C et 100°C. Ce ramollissement est dû à la transition vitreuse des lignines in situ. Le comportement du bois varie sensiblement en fonction de la fréquence de sollicitation, de l'essence de bois, de la direction matérielle et du type de bois (normal/réaction).

Ces différences peuvent être expliquées en grande partie par la nature des éléments anatomiques sollicités et surtout par la teneur et la structure des lignines composant ces éléments. L'élévation de température permet d'activer les mécanismes de relaxation, c'est-à-dire de rompre certaines liaisons inter-moléculaires et ainsi de faciliter la reptation des macromolécules. Le mécanisme de relaxation des lignines se déroule sur une plage de température relativement large. Un ramollissement moins important, attribué à la relaxation des hémicelluloses est également repéré aux environs de 0°C.

Activateur des phénomènes de relaxation, la température agit pour des conditions sévères comme un agent de modification et de dégradation du bois. Pour du bois saturé en eau, après une exposition de plusieurs heures au-delà de 80°C, les hémicelluloses sont partiellement dégradées par hydrolyse. Cette altération est d'autant plus importante que la température du traitement est élevée. A partir de 110-120°C, un phénomène de condensation des lignines (formation de liaisons fortes au sein de la lignine) s'ajoute à la thermolyse des hémicelluloses. Ces modifications biochimiques aboutissent inévitablement à une altération des propriétés viscoélastiques. La dégradation des hémicelluloses provoque une chute de rigidité, contrecarrée par la condensation des lignines. Pour le chêne, l'augmentation de la fréquence des liaisons condensées accompagnée de la diminution du rapport S/G provoque également la translation du ramollissement vers de plus hautes températures.

Dans un futur proche, il conviendrait d'effectuer des analyses biochimiques sur des échantillons de résineux traités thermiquement. La structure de leurs lignines étant bien différente de celle des feuillus, les analyses permettraient d'apporter des éléments de compréhension supplémentaires sur le comportement rhéologique observé.

Les ouvertures et perspectives générées par ce travail sont nombreuses et s'inscrivent dans des démarches à moyen et long termes. Au niveau expérimental, à raison de certaines modifications, le WAVE<sup>T</sup> devrait permettre de réaliser des mesures des propriétés viscoélastiques à des teneurs en eau variables. Ces informations rendraient alors possible la caractérisation du phénomène d'activation hydrique des propriétés viscoélastiques et pourraient apporter un éclairage sur les couplages thermo-hygro-viscoélastique. Une vision

globale de l'influence des trois variables principales dont dépend fortement le comportement du matériau bois, à savoir le temps, la température et la teneur en eau est primordiale pour optimiser les procédés de transformation.

Dans cette optique, il serait également intéressant de poursuivre ces investigations dans la troisième direction matérielle du bois, à savoir la direction longitudinale. De tels essais nécessitent de pouvoir surmonter certaines difficultés de mise en œuvre expérimentale et d'interprétation des données liées d'une part à l'écrasement du bois au niveau des encastresments et d'autre part aux effets du cisaillement.

A partir de l'ensemble de ces données et paramètres expérimentaux, l'idée serait d'établir à terme un modèle rhéologique pertinent et robuste pour le matériau bois. Les observations expérimentales conduisant à une compréhension précise des phénomènes devraient permettre d'identifier un modèle adapté à ce matériau complexe. Les paramètres expérimentaux catalogués pourront alimenter ce type de modèle. Des mesures complémentaires menées en parallèle du développement d'un tel modèle permettraient d'affiner et d'ajuster celui-ci et de vérifier sa capacité à prédire le comportement rhéologique des échantillons dans des conditions hygro-thermiques précises.

Les réflexions menées au cours de ce travail conduisent à penser que les modèles analytiques ne peuvent que partiellement simuler le comportement complexe du bois. Ces éléments tendent à favoriser le développement de modèles structuraux. Seuls ces derniers s'inspirant directement d'une vision multi échelles du matériau (tissus, cellules, parois, macromolécules), seront à même de représenter les mécanismes rhéologiques complexes du bois liés à la nature macromoléculaire de ce matériau.



**REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES**





Certaines sources bibliographiques référencées dans la liste suivante ne sont pas mentionnées dans le corps de la thèse. Elles ont cependant été consultées durant le travail de thèse et pour ces raisons figurent ci-dessous.

- Abasolo WP, Yamamoto H, Yoshida M, Mitsui K and Okuyama T.** (2002) Influence of Heat and Loading Time on the Mechanical Properties of *Calamus merrillii* Becc. *Holzforschung* 56(6), 639-647.
- Agiuar O and Perré P.** (2000) Wood accelerating drying process based on its rheological properties, CE: B27K5/00; F26B21/06.
- Akerholm M and Salmén L.** (2003) The Oriented Structure of Lignin and its Viscoelastic Properties Studied by Static and Dynamic FT-IR Spectroscopy. *Holzforschung* 57(5), 459-465.
- ARBOLOR.** (1994) *Le Bois Matériau d'Ingénierie*, édité par ARBOLOR, NANCY.
- Ayina O.** (2002) Bois Tropicaux. Quelques aspects du comportement matériel et de la stabilité structurale sous climat variable. *Annales GC Bois* 6, 11-13.
- Backman AC. And Lindberg K.A.H.** (2001) Differences in wood material responses for radial and tangential direction as measured by dynamic mechanical thermal analysis. *Journal of Materials Science* 36, 3777-3783.
- Bardet S.** (2001) *Comportement thermoviscoélastique transverse du bois humide*, Université Montpellier II.
- Bardet S and Gril J.** (2002) Modelling the transverse viscoelasticity of green wood using a combination of two parabolic elements. *C.R. Mécanique* 330, 549-546.
- Beauchêne J.** (1996) *Evolution du bois vert avec la température. Application à l'étude du déroulage de quelques bois guyanais.*, Silvolab - Guyane.
- Beaugrand J, Crônier D, Thiebeau P, Schreiber L, Debeire P and Chabbert B.** (2004) Structure, Chemical Composition, and Xylanase Degradation of External layers Isolated from Developing Wheat Grain. *Journal of Agricultural and Food Chemistry* 52, 7108-7117.
- Bergander A and Salmén L.** (2000) Variations in Transverse Fibre Wall Properties : Relations between Elastic Properties and Structure.
- Berthold J, Rinaudo M and Salmén L.** (1996) Association of water to polar groups; estimations by an adsorption model for lignocellulosic materials. *Colloids and Surfaces* 112, 117-129.
- Bhuiyan TR and Hirai N.** (2005) Study of crystalline behavior of heat-treated wood cellulose during treatments in water. *Journal of Wood Science* 51, 42-47.

- Birkinshaw C.** (1993) Mechanisms of plasticity in wood and wood based products. COST 508 : Wood Mechanics.
- Björkman A and Salmén L.** (2000) Studies on solid wood. II. The influence of chemical modifications on viscoelastic properties. *Cellulose chemistry and technology* 34, 7-20.
- Bordonné A.** (1989) Module Dynamique et Frottement Intérieur dans le Bois. Mesures sur Poutres Flottantes en Vibrations Naturelles., INPL.
- Brancheriau L.** (2002) Expertise mécanique des sciages par analyses des vibrations dans le domaine acoustique, Université de la méditerranée - Aix Marseille II.
- Brancheriau L.** (2006) Influence of cross section dimensions on Timoshenko's shear factor - Application to wooden beams in free-free flexural vibration. *Annals of Forest Sciences* 63, 319-321.
- Bucur V and Archer RR.** (1984) Elastic constants for wood by ultrasonic method. *Wood Science and Technology* 18, 255-265.
- C.Coutand, G.Jeronimidis, B.Chanson and C.Loup.** (2004) Comparison of mechanical properties of tension and opposite wood in Populus. *Wood Science and Technology* 38, 11-24.
- Cai Z, Fridley KJ, Hunt MO and Rosowsky DV.** (2002) Creep and creep-recovery models for wood under high stress levels. *Wood and Fiber Science* 34(3), 425-433.
- Chabert E, Ershad Langoudri A and Gauthier C.** (2000) Non linear response of PET and modelling in the frame of the quasi point defect theory.
- Gachet C and Guitard D.** (2006) Influence relative de la morphologie cellulaire et de l'angle des microfibrilles sur l'anisotropie élastique tissulaire Longitudinale/Tangentielle du bois sans défaut des résineux. *Annals of Forest Sciences* 63, 275-283.
- Cole KS and Cole RH.** (1941) Dispersion and absorption in dielectrics. I. Alternating current characteristics. *J. Chem. Phys.* 9, 341-351.
- Cole KS and Cole RH.** (1942) Dispersion and absorption in dielectrics. II. Direct current characteristics. *J. Chem. Phys.* 10, 98-105.
- Couarraze G and Grossiord J-L.** (1991) Initiation à la Rhéologie, 272 pp. 2e édition revue et augmentée, edited by L.-T. Doc, 75384 Paris Cedex 08.
- Duhoo T.** (2001) Quelques incertitudes sur la mesure des déphasages à l'oscilloscope... *Bulletin de l'union des physiciens* 95, 867-874.
- Dwianto W, Morooka T, Norimoto M.** (1998) A Method Of Measuring Viscoelastic Properties of Wood under High-Temperature and High-Pressure Steam Conditions. *Wood Research* 44(2), 77-81.
- Ebrahimzadeh PR and Kubat DG.** (1993) Effects oh humidity changes on damping and stress relaxation in wood. *Journal of Materials Science* 28, 5668-5674.

- Ehrenstein GW and Montagne F.** (2000) Matériaux polymères. Structures, propriétés et applications, 351 pp, edited by H.S. publications, Paris.
- Funaoka M, Kako T and Abe I.** (1990) Condensation of lignin during heating of wood. *Wood Science and Technology* 24, 277-288.
- Gellerstedt G, Lindfors EL, Lapierre C and Monties B.** (1984) Structural Changes in Lignin during kraft Cooking. Part2 Characterization by acidolysis. *Svensk Papperstidning* 9, R61-R67.
- Genevaux J-M.** (1989) Le fluage à température linéairement croissante : caractérisation des sources de viscoélasticité anisotrope du bois, INPL.
- Genin N and René F.** (1995) Analyse du rôle de la transition vitreuse dans les procédés de conservation agro-alimentaires. *Journal of Food Engineering* 26, 391-408.
- Gindl W.** (2002) Comparing Mechanical Properties of Normal and Compression Wood in Norway Spruce: The Role of Lignin in Compression Parallel to the Grain. *Holzforschung* 56, 395-401.
- Goring DAI.** (1963) Thermal Softening of Lignin, Hemicellulose and Cellulose. *Pulp and Paper Magazine of Canada*, T-517 - T-527.
- Gril J.** (1988) Une modélisation du comportement thermo-rhéologique du bois à partir de sa microstructure, Université Paris 6.
- Gril J.** (1997) Couplages et blocages en rhéologie du bois. HDR, Université Montpellier 2.
- Guerrin GM.** (1990) Caractérisation en flexion quasi-statique et dynamique d'un matériau thermo-hygro-visco-élastique : le bois, INPL.
- Guitard D.** (1987) Mécanique du matériau bois et composites, edited by CEPADUES-EDITIONS.
- Hagen R, Salmén L, Lavebratt H and Stenberg B.** (1993) Comparison of dynamic mechanical measurements and Tg determinations with two different instruments. *Polymer Testing* 13(2), 113-128.
- Hamdan S, Dwianto W, Morooka T and Norimoto M.** (2000) Softening Characteristics of Wet Wood under Quasi Static Loading. *Holzforschung* 54(5), 557-560.
- Hanhijärvi A.** (1994) Deformation kinetics based model for the creep of wood with account of the mechano-sorptive effect. COST Wood Mechanics - Workshop on Service life assessment of wooden structures, 1-10.
- Hanhijärvi A and Hunt D.** (1996) Experimental indication of interaction between viscoelastic and mechano-sorptive creep.
- Haque MN, Langrisch TAG, Keep L-B and KEEY RB.** (2000) Model fitting for viscoelastic creep of *Pinus radiata* during kiln drying. *Wood Science and technology* 34, 447-457.

- Harris CM and Ceredo CE.** (1961) Shock and Vibration Handbook. Vol.1 Basic Theory and Measurements, 385 pp, edited by I. McGraw-Hill Book Company, 1. 3 vols, USA.
- Hazanov S and Zeiter P.** (1992) On Viscoelastic Modelling of Multitransition Effect in Wood. 27-34.
- Higashihara T, Morooka T, Hirosawa S and Norimoto M.** (2004) Relationship between Changes in Chemical Components and Permanent Fixation of Compressed Wood by Steaming or Heating. Journal of Wood Science 50(3), 159-167.
- Hinterstoisser B and Salmén L.** (2000) Application of Dynamiv 2D FTIR to cellulose. Vibrational Spectroscopy 22, 111-118.
- Huet C, Bourgoin D and Richemond S.** (1984) Rhéologie des matériaux anisotropes. Groupe Français de Rhéologie. Comptes rendus du 19ème Colloque National Annuel, edited by CEPADUES-EDITIONS, Toulouse.
- Irvine GM.** (1984) The glass transitions of lignin and hemicellulose and their measurement by differential thermal analysis. Tappi Journal 67(5), 118-121.
- Joly P and More-Chevalier F.** (1980) Théorie, pratique & économie du séchage des bois, edited by H. Vial.
- Kausch H-H, Plummer CJ, Heymans N and Decroly P.** (2001) Matériaux polymères : Propriétés mécaniques et physiques. Principes de mise en oeuvre., 657 pp, edited by P.p.e.u. romandes, CH - 1015 Lausanne.
- Kelley SS, Rials TG and Glasser WG.** (1987) Relaxation behaviour of the amorphous components of wood. Journal of Materials Science 22, 617-624.
- Kojima Y and Yamamoto H.** (2004) Effect of microfibril angle on the longitudinal tensile creep behavior of wood. Journal of Wood Science 50, 301-306.
- Kölher L.** (2000) Biphase mechanical behaviour of plant tissues. Materials Science and engineering 11, 51-16.
- Kubojima Y, Ohtani T and Yoshihara H.** (2004) Effect of shear deflection on vibrational properties of compressed wood. Wood Science and Technology, 239-243.
- Laborie M-PG, Salmén L and Frazier CE.** (2004) Cooperativity analysis of the in situ lignin glass transition. Holzforschung 58, 129-133.
- Le Govic C.** (1992) Panoram des travaux scientifiques mondiaux sur le fluage du bois sans défaut (effet de la température et de l'humidité). CTBA, Paris, 75-82.
- Le Govic C, Rouger F and Felix B.** (1988) Approche d'un modèle multitransitions paraboliques pour le fluage du bois. G.S. Rhéologie du bois. CTBA, 121-130.
- Lenth CA.** (1999) Wood material behavior in severe environments, Virginia Polytechnic Institute.
- Lenth CA and Kamke FA.** (2001) Moisture dependent softening behavior of wood. Wood and Fiber Science 33(3), 492-507.

- LERMAB / CIRAD-Forêt.** (2003) Improvement of fundamental knowledge on thermal treatment of wood. Perré P.
- Lord AE.** (2003) Viscoelasticity of the giant reed material *Arundo donax*. *Wood Science and Technology* 37, 177-188.
- Maeda H and Fukada E.** (1987) Effect on Bound Water on Piezoelectric, Dielectric, and Elastic Properties of Wood. *Journal of Applied Polymer Science* 33, 1187-1198.
- Mark RE.** (1967) Cell Wall Mechanics of Tracheids, 310 pp, edited by Y.U.P. New Haven and London, Midland, Michigan, USA.
- Matsunaga M ,Obataya E, Minato K and Nakatsubo F.** (2000) Working mechanism of adsorbed water on the vibrational properties of wood impregnated with extractives of pernambuco. *Journal of Wood Science* 46, 122-129.
- Montès H, Mazeau K and Cavailé JY.** (1998) The mechanical Bêta relaxation in amorphous cellulose. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 416-421.
- Montès H and Cavailé JY.** (1999) Secondary dielectric relaxations in dried amorphous cellulose and dextran. *Polymer* 40, 2649-657.
- Morsing N.** (2000) Densification of wood. The influence of hygrothermal treatment on compression of beech perpendicular to the grain. Department of structural engineering and materials. Technical university of Denmark.
- Mudry M.** (1984) Panorama des travaux scientifiques mondiaux sur la mécanique et la rhéologie du bois. Conférence Générale 19ème colloque GFR, 353-410.
- Mukudai J and Yata S.** (1986) Modeling and simulation of viscoelastic behavior (tensile strain) of wood under moisture change. *Wood Science and Technology* 20, 335-348.
- Nakano T.** (2005) Effect of quenching on relaxation properties of wet wood. *Journal of Wood Science* 51(2), 112-117.
- Navi P, Pittet V and Plummer CJG.** (2000) Transient moisture effects on wood creep. *Wood Science and Technology* 36, 447-462.
- Obataya E, Sugiyam M and Norimoto M.** (1996) Modelling the Effects of Chemical Modification on Dynamic Mechanical Properties of Wood. *Wood research* 83, 40-42.
- Obataya E, Norimoto M and Gril J.** (1998) The effects of adsorbed water on dynamic mechanical properties of wood. *Polymer* 39(14), 3059-3064.
- Obataya E, Ono T and Norimoto M.** (2000) Vibrational properties of wood along the grain. *Journal of Materials Science* 35, 2993-3001.
- Obataya E, Minato K and Tomita B.** (2001) Influence of moisture content on the vibrational properties of hematoxylin-impregnated wood. *Journal of Wood Science* 47, 317-321.
- Obataya E, Norimoto M and Tomita B.** (2001) Mechanical Relaxation Processes of Wood in the Low-Temperature Range. *Journal of Applied Polymer Science* 81(13), 3338-3347.

- Obataya E, Furuta Y and Gril J.** (2003) Dynamic viscoelastic properties of wood acetylated with acetic anhydride solution of glucose pentaacetate. *Journal of Wood Science* 49(2), 152-157.
- Olard F.** (2003) Comportement Thermomécanique des Enrobés Bitumineux à basses températures. Relation entre les propriétés du liant et de l'enrobé. ENTPE.
- Olsson A-m and Salmén L.** (1992) Chapter 9 : Viscoelasticity of In Situ Lignin as Affected by Structure. Softwood vs. Hardwood. In: A.C. Society (Ed), *Viscoelasticity of Biomaterials*, pp. 133-143. American Chemical Society.
- Olsson A-M and Salmén L.** (1997) Humidity and temperature Affecting Hemicellulose Softening in Wood. International Conference of COST Action E8. Mechanical Performance of Wood and Wood Products. Wood-water relation., 269-279.
- Ostberg G, Salmén L and Terlecki J.** (1990) Softening temperature of Moist Wood Measured by Differential Scanning Calorimetry. *Holzforschung* 44(3), 223-225.
- Oudet C.** (1994) *Polymères. Structures et propriétés. Introduction*, edited by Masson, Milan Barcelone.
- Ouis D.** (2002) On the frequency dependence of the modulus of elasticity of wood. *Wood Science and Technology* 36(4), 335-346.
- Passard J and Perré P.** (2001) Creep tests under water-saturated conditions : do the anisotropy ratios of wood change with the temperature and time dependency ? 7th International IUFRO Wood Drying Conference.
- Passard J and Perré P.** (2004) Creep of wood at high temperature : thermal activation or thermal degradation? COST E15 Final Conference.
- Passard J and Perré P.** (2005) Viscoelastic behaviour of green wood across the grain. Part I Thermally activated creep tests up to 120°C. *Ann. For. Sci.*, 62, 707-716.
- Passard J and Perré P.** (2005) Viscoelastic behaviour of green wood across the grain. Part II A temperature dependent constitutive model defined by inverse method. *Ann. For. Sci.*, 62, 823-830.
- Perré P and Keller R.** (1994) La prédiction des propriétés macroscopiques du matériau bois par sa structure anatomique: besoin ou moyen de caractériser la paroi? J. trace and microprobe techniques 12(4), 277-287.
- Perré P and Aguiar O.** (1999) Fluage du bois "vert" à haute température (120°C) : Expérimentation et modélisation à l'aide d'éléments de Kelvin thermo-activés. *Annals of Forest Sciences* 56, 403-416.
- Perré P and Passard J.** (2004) A physical and Mechanical Model Able to Predict the Stress Field in Wood over a Wide Range of Drying Conditions. *Drying Technology* 22(1&2), 27-44.
- Pilate G, Chabbert B, Cathala B, Yoshinaga A, Leplé J-C, Laurans F, Lapierre C and Ruel K.** (2004) Lignification and tension wood. *Plant biology and pathology* 327, 889-901.

- Randriambolona H, Dubois F and Petit C.** (2002) Modélisation du comportement du matériau bois en climat variable. *Annales GC Bois* 61-68.
- Ranta-Maunus A.** (1975) The viscoelasticity of wood at varying Moisture Content. *Wood Science and Technology* 9, 189-205.
- Read BE and Dean GD.** (1978) The Determination of Dynamic Properties of Polymers and Composites. Adam Hilger Ltd, Bristol, England.
- Read BE and Duncan JC.** (1981) Measurement of Dynamic Properties of Polymeric Glasses for Different Modes of Deformation. *Polymer Testing* 2, 135-150.
- Saadi S.** (2002) Effet de la température sur le biopolymère bois. Rapport DEA.
- Salmén L.** (1984) Viscoelastic properties of In situ lignin under water-saturated conditions. *Journal of Materials science* 19, 3090-3096.
- Salmén L.** (1990) Thermal Expansion of Water-saturated Wood. *Holzforschung* 44, 17-19.
- Salmén L.** (2004) Micromechanical understanding of the cell wall structure. *Plant biology and pathology* 327, 873-880.
- Schniewind AP.** (1968) Recent Progress in the Study of the Rheology of Wood. *Wood Science and Technology* 2, 188-206.
- Schniewind AP and Barrett JD.** (1972) Wood as a Linear Orthotropic Viscoelastic Material. *Wood Science and Technology* 6, 43-57.
- Suzuki Y and Kuroda N.** (2003) Dielectric Properties of Wood with High Moisture Content. *Mokuzai Gakkaishi* 49(3), 161-170.
- Takahashi K, Morooka T and Norimoto M.** (1998) Thermal softening of wet wood in the temperature range of 0 to 200°C. *Wood research* 85, 79-80.
- Tjeerdsma BF and Militz H.** (2005) Chemical changes in hydrothermal treated wood: FTIR analysis of combined hydrothermal and dry heat-treated wood. *Holz als Roh- und Werkstoff* 63, 102-111.
- Trotignon J-P, Verdu J, Dobraczynski A and Piperaud M.** (1996) *Matières Plastiques. Structures - Propriétés, Mise en oeuvre, Normalisation*, 232 pp, edited by E. Nathan, 75014 Paris.
- Vallet C, Alvez E, Mila I, Pollet B, Weiland J, Guyonnet R and Lapierre C.** (2001) Réification du pin maritime : structure des lignines et propriétés du bois. *Les Cahiers Scientifiques du Bois* 2, 155-165.
- Viéville P and Guitard D.** (1996) Simulation numérique des liaisons microstructure-anisotropie du matériau bois à ses différentes échelles d'hétérogénéité. *Annals of Forest Sciences* 53(6), 1137-1151.
- Ward IM and Hadley DW.** (1993) *An introduction to the Mechanical Properties of Solid Polymers*, 334 pp, edited by J.W.S. Ltd, Chichester, England.



- Wikberg H and Maunu SL.** (2004) Characterisation of thermally modified hard- and softwoods by <sup>13</sup>C CPMAS NMR. *Carbohydrate Polymers* 58, 461-466.
- Williams ML, Landel RF and Ferry JD.** (1955) The Temperature Dependence of Relaxation Mechanisms in Amorphous Polymers and Other Glass-forming Liquids. *Journal of the American Chemical Society* 77(14), 3701-3707.
- Wolcott MP and Shulter EL.** (2003) Temperature and Moisture Influence on Compression-Recovery Behavior of Wood. *Wood and Fiber Science* 35(4), 540-551.
- Yamamoto H.** (2004) Role of the gelatinous layer on the origin of the physical properties of the tension wood. *Journal of Wood Science* 50, 197-208.
- Yoshizawa N, Ohba H, Uchiyama J and Yokota S.** (1999) Deposition of Lignin in Differentiating Xylem Cell Walls of Normal and Compression Wood of *Buxus microphylla* var. *insularis* Nakai. *Holzforschung* 53, 156-160.

**TABLE DES SYMBOLES**



---

$a_{T, T_0}$	facteur de translation
$b$	largeur d'une poutre
$\vec{B}$	champ magnétique
$c$	coefficient d'amortissement visqueux
$C_1, C_2$	coefficients de l'équation WLF
$C_p$	capacité thermique ou calorifique
$E$	module d'Young ou module d'élasticité
$E^*$	module d'Young complexe
$E'$	module de stockage
$E''$	module de perte
$E_0$	module d'Young apparent
$E_{EB}$	module d'Young déterminé par la formule d'Euler-Bernouilli
$E_L$	module d'Young longitudinal
$E_R$	module d'Young radial
$E_T$	module d'Young tangentiel
$f(t)$	fonction de fluage
$F$	force
$f$	fréquence
$f_1$	fréquence de résonance du 1 <sup>er</sup> mode
$f_g$	fraction de volume libre à $T_g$
$G$	module de cisaillement ou de Coulomb
$g(t)$	fonction de relaxation
$H$	déplacement ou déflexion
$H_{flex}$	déflexion due au moment fléchissant
$H_{tot}$	déflexion totale
$h$	épaisseur d'une poutre
$\mathcal{H}$	fonction de Heaviside
$H_r$	humidité relative
$i$	intensité du courant électrique
$J$	compliance
$k$	raideur
$L$	distance du support de l'échantillon au point d'application de la force
$L$	inductance
$l$	longueur d'une poutre
$l_0$	distance du support de l'échantillon au point de mesure de la déflexion
$m$	masse
$M$	moment fléchissant
$MC$	teneur en eau
$R$	constante des gaz parfaits
$T$	période
$T$	température

## Table des symboles

---

$T_0$	température de référence
$T_g$	température de transition vitreuse
$t$	temps
$\tan\delta$	facteur de perte ou coefficient de perte ou tangente de perte
$U$	énergie de cohésion molaire
$U$	tension électrique
$x$	déplacement
$\dot{x}$	vitesse
$\ddot{x}$	accélération
$Y$	ordonnée à l'origine
$\alpha$	facteur numérique lié à la géométrie de la poutre
$\alpha$	phase à l'origine
$\alpha$	coefficient d'expansion thermique ou de dilatation thermique
$\alpha$	transition vitreuse
$\beta, \gamma, \delta \dots$	transitions secondaires
$\delta$	déphasage
$\varepsilon$	déformation
$\varepsilon^*$	constante diélectrique complexe
$\varepsilon'$	permittivité diélectrique
$\varepsilon''$	facteur de perte diélectrique
$\eta$	coefficient de viscosité
$\rho$	masse volumique
$\sigma$	contrainte
$\tau$	contrainte de cisaillement
$\tau$	temps de retard
$\nu$	volume spécifique
$\omega$	pulsation
$\omega_0$	pulsation propre sans amortissement
$\omega_1$	pulsation propre avec amortissement
$\omega_i$	fraction massique
$\Delta H_a$	énergie d'activation
$\frac{dH}{dT}$	flux thermique
indice 0	$X_0$ grandeur $X$ à l'instant initial ou amplitude maximale d'un signal sinusoïdal
*	fonction complexe

**TABLE DES ILLUSTRATIONS**



## Chapitre I

Figure I- 1: Les principaux types d'architecture macromoléculaire (extrait de Trotignon et al., 1996).....	15
Figure I- 2 : Rotations possibles autour une liaison covalente de deux carbones.....	16
Figure I- 3 : Evolution du volume spécifique du PVAc en fonction de la température (extrait de Kausch & al., 2001 d'après Kovacs 1958) .....	18
Figure I- 4 : Courbe théorique de DSC (Tg : température de transition vitreuse, Tc : température de cristallisation, Tf : température de fusion).....	19
Figure I- 5 : Répartition des méthodes d'investigation mécaniques en fonction de la fréquence.....	21
Figure I- 6 : Illustration schématique des différents dispositifs expérimentaux utilisés par Read & Duncan, 1981 .....	22
Figure I- 7 : Les différents types de vibrations et de supports possibles pour les « audiofrequency resonance method » d'après (Read & Dean, 1981) .....	24
Figure I- 8 : Dispositif expérimental “fixed-free flexural vibration method” .....	25
Figure I- 9 : Exemple de pics de résonance mesurés pour plusieurs types de bois .....	26
Figure I- 10 : Dispositif expérimental “free-free flexural vibration method” .....	27
Figure I- 11 : Les domaines d'état des matériaux viscoélastiques .....	29
Figure I- 12 : Comportement des matériaux soumis à une contrainte de fluage.....	30
Figure I- 13 : Illustration d'un essai de fluage.....	30
Figure I- 14 : Illustration d'un essai de relaxation.....	31
Figure I- 15 : Principe de Boltzmann .....	31
Figure I- 16 : Représentation rhéologique d'un solide élastique et d'un liquide newtonien.....	32
Figure I- 17 : Modèle de Kelvin généralisé (à gauche) et modèle de Burger (à droite).....	34
Figure I- 18 : Modèle de Maxwell-Wiechert (à gauche) et modèle de Zener (à droite) .....	35
Figure I- 19 : Variation de $E_0$ en fonction du temps à différentes températures pour du polyisobutène (extrait de Oudet, 1994, d'après Catsiff et Tobolsky, 1955).....	36
Figure I- 20 : Construction d'une courbe maîtresse à partir des données précédentes pour une température de référence $T_0 = 25^\circ\text{C}$ (Oudet 1994). .....	37
Figure I- 21 : Courbe maîtresse obtenue à partir des données précédentes. En encart, variation du facteur de translation en fonction de la température (Oudet 1994).....	37
Figure I- 22 : Formulation complexe des fonctions de contrainte et de déformation.....	41
Figure I- 23 : Représentation du plan complexe.....	41
Figure I- 24 : Diagramme Cole-Cole d'un échantillon de PET (d'après les travaux de (Chabert et al. 2000))..	43
Figure I- 25 : Coupe transversale d'un quartier de billon de Chêne.....	44
Figure I- 26 : Les trois plans de référence du bois.....	45
Figure I- 27 : Plan ligneux typique des résineux (en haut à gauche) et des feuillus (en bas à droite).....	46
Figure I- 28 : Coupe transversale de quelques essences : Sapin, Chêne et Hêtre de gauche à droite (ESEM, LERMAB, Clichés F.Huber) .....	47
Figure I- 29 : Représentation schématique des couches constituant la paroi cellulaire (extrait de (ARBOLOR 1994) d'après (H.A. Core, W.A. Côté, A.C. Day, 1979)).....	47
Figure I- 30 : Composition biochimique du bois .....	48
Figure I- 31 : Formule stéréochimique de la cellulose.....	49
Figure I- 32 : Structure supramoléculaire de la cellulose : des chaînes cellulosiques à la paroi (d'après les travaux de Frey-Wyssling).....	50
Figure I- 33 : Structure chimique partielle d'un Xylane de résineux .....	51
Figure I- 34 : Les unités constitutives de la lignine (alcools p.coumarylique, coniférylique et sinapylique).....	51
Figure I- 35 : Schéma de la structure de la lignine des résineux d'après (Alder 1977) .....	52
Figure I- 36 : Schéma des interactions possibles entre les hémicelluloses et la lignine (extrait de (ARBOLOR 1994)).....	52
Figure I- 37 : Bois et échelles (dessin d'après Harrington) .....	53
Figure I- 38 : Liaison de l'eau avec les chaînes cellulosiques .....	54



## Table des illustrations

Figure I- 39 : Vues microscopiques d'un échantillon de bois final de Sapin à différentes teneurs en eau. A gauche, l'échantillon est saturé en eau, à droite sa teneur en eau se situe en dessous du PSF (ESEM, LERMAB, clichés F.Huber).....	55
Figure I- 40 : Courbes de sorption du Pin sylvestre (d'après K.Egner cité dans (Joly 1980)) .....	55
Figure I- 41 : Isothermes de sorption de fibres cellulosiques (d'après Hermans cité dans Kollman & Côté).....	56
Figure I- 42 : Le comportement mécano-sorptif du bois .....	58
Figure I- 43 : Valeurs de Tg pour les polymères constitutifs du bois à l'état anhydre (d'après Back et Salmén 1982 cité dans (Bardet 2001)).....	61
Figure I- 44 : Evolution du coefficient de perte pour un Epicéa en fonction de la température à une fréquence de 1 Hz pour différentes teneur en eau (d'après Kelley 1987) .....	63
Figure I- 45 : Structure des unités Guaiacyl et Syringyl de la lignine.....	65
Figure I- 46 : Température de ramollissement à 0.1 Hz pour des espèces à ration syringil/guaiacyl différent (d'après Olsson & Salmén, 1992).....	66
Tableau I- 1: Valeurs de Tg pour les polymères constitutifs du bois à l'état anhydre et saturé. Valeurs issues de la bibliographie.....	62
Tableau I- 2 : Valeurs des températures de ramollissement obtenues par spectroscopie mécanique dynamique pour plusieurs essences de bois (d'après Olsson & Salmén 1992).....	65

## Chapitre II

Figure II- 1 : Dispositif expérimental .....	81
Figure II- 2 : Descriptif du banc d'essai.....	82
Figure II- 3 : Schéma de la table antivibratoire .....	82
Figure II- 4 : Les détails de la cellule vibratoire .....	83
Figure II- 5 : Immersion de la cellule vibratoire .....	84
Figure II- 6 : Schéma du mode déformation : flexion simple encastrement .....	88
Figure II- 7 : Les mors de sollicitation .....	89
Figure II- 8 : Articulation de la partie mobile des mors de sollicitation .....	89
Figure II- 9 : Détail du montage des roulements à billes .....	90
Figure II- 10 : Le support d'échantillon.....	91
Figure II- 11 : Evolution du module d'Young en fonction du couple de serrage des vis de l'encastrement.....	91
Figure II- 12 : Evolution du module d'Young en fonction de la distance à l'encastrement (L = 95 mm) .....	93
Figure II- 13 : Schéma et photos du système de mesure du déplacement.....	94
Figure II- 14 : Schéma des poulies et de leur support .....	94
Figure II- 15 : Principe de fonctionnement du système de mesure du déplacement.....	95
Figure II- 16 : Détail de la poulie ; le spot laser pointant la cible de la poulie est visible sur cette photo.....	95
Figure II- 17 : Evolution de la poulie au cours de la déflexion de l'échantillon.....	97
Figure II- 18 : Comparaison des déplacements au niveau de l'échantillon et de la poulie.....	97
Figure II- 19 : Correction de la mesure du déplacement.....	98
Figure II- 20 : Evolution du terme géométrique en fonction de la distance à l'encastrement.....	100
Figure II- 21 : Schéma du dispositif expérimental.....	102
Figure II- 22 : Principe de fonctionnement de la chaîne d'analyse vibratoire.....	103
Figure II- 23 : Structure du pot vibrant.....	105
Figure II- 24 : Schéma du capteur de force .....	106
Figure II- 25 : Principe de fonctionnement du laser.....	107

Tableau II- 1 : Evolution de l'erreur commise en négligeant le cisaillement en fonction de la distance à l'encastrement fixe .....	101
--	-----

**Chapitre III**

Figure III- 1 : Schéma de l'oscillateur élémentaire linéaire de la mécanique.....	115
Figure III- 2 : Modélisation du système.....	117
Figure III- 3 : Détail du système $S_2$ .....	118
Figure III- 4 : Représentation de l'échantillon de bois.....	119
Figure III- 5 : Modélisation du pot vibrant en régime forcé.....	124
Figure III- 6 : Simulation de l'évolution de l'amplitude et de la phase du déplacement du pot de vibration en régime forcé en fonction de la fréquence .....	124
Figure III- 7 : Evolution de l'amplitude du déplacement en fonction de la fréquence : courbes simulée et expérimentales .....	125
Figure III- 8 : Récapitulatif des paramètres du modèle.....	126
Figure III- 9 : Pic de résonance d'un échantillon de laiton simulé par le modèle .....	127
Figure III- 10 : Comparaison des pics de résonance simulé et mesuré .....	127
Figure III- 11 : Superposition des pics de résonance simulés et mesurés pour des échantillons de chêne à plusieurs températures pour une fréquence de 1 Hz.....	129
Figure III- 12 : Détermination du déphasage par « méthode directe » .....	132
Figure III- 13 : Détermination du déphasage par la méthode de Lissajous .....	133
Figure III- 14 : Principe de fonctionnement de la méthode inverse .....	135
Figure III- 15 : Exemple de signaux bruts et des courbes lissées .....	135
Figure III- 16 : Identification des paramètres à partir de signaux bruités.....	137
Figure III- 17 : Influence de la viscosité de l'eau sur la mesure du déphasage .....	138
Figure III- 18 : Les utilisations possibles du modèle.....	141
Figure III- 19 : Correction du coefficient de perte perturbé par la résonance à l'aide du modèle analytique pour un échantillon de laiton.....	142
Figure III- 20 : Exemple de correction des mesures du coefficient de perte pour un essai multifréquence réalisé sur un échantillon de Chêne.....	142
Figure III- 21 : Etendue de la plage de mesure en fréquence.....	143
Figure III- 22 : Fonctionnement de la chaîne d'analyse et de traitement des données .....	143
Figure III- 23 : Aperçu du logiciel de pilotage.....	146

Tableau III- 1 : Ordre de grandeur des modules de stockage et de perte pour du bois de Chêne dans la direction radiale, à une fréquence de 1 Hz.....	128
Tableau III- 2 : Prédiction de la fréquence de résonance d'échantillons de nature et de section variables dans diverses configurations .....	130
Tableau III- 3 : Détermination du coefficient de perte par méthode inverse à partir de chaque période d'un signal formé en tout de 5 périodes .....	139
Tableau III- 4 : Détermination du coefficient de perte par méthode inverse en fonction du nombre de périodes (fréquence du signal 0.01 Hz).....	140
Tableau III- 5 : Détermination du coefficient de perte par méthode inverse en fonction du nombre de périodes (fréquence du signal 10 Hz).....	141
Tableau III- 6 : Nombre de périodes utilisées pour l'identification des paramètres en fonction de la fréquence .....	147

**Chapitre IV**

Figure IV- 1 : Répétabilité des mesures de $\tan \delta$ d'un échantillon de laiton réalisées avec le WAVE <sup>T</sup> .....	153
Figure IV- 2 : Evolution du module de stockage d'un échantillon de PVC en fonction de la température pour diverses fréquences .....	154
Figure IV- 3 : Evolution du facteur de perte d'un échantillon de PVC en fonction de la température pour diverses fréquences .....	154

## Table des illustrations

Figure IV- 4 : Mesures de l'évolution de $E'$ et de $\tan\delta$ en fonction de la température pour un échantillon de PVC à une fréquence de 1Hz, d'après les documentations techniques de Triton Technology (DMA Titec 2000).....	156
Figure IV- 5 : Vérification de la linéarité du domaine de sollicitation (fréquence de sollicitation : 1 Hz).....	157
Figure IV- 6 : Détails de l'échantillonnage.....	158
Figure IV- 7 : DMA utilisé pour les essais comparatifs.....	159
Figure IV- 8 : Configuration géométrique des échantillons dans le DMA.....	160
Figure IV- 9 : Evolution du module de stockage et du facteur de perte déterminés par le WAVE <sup>T</sup> en fonction de la température, échantillons Hêtre, direction tangentielle, 1Hz.....	161
Figure IV- 10 : Evolution du module de stockage et du facteur de perte déterminés par le DMA en fonction de la température, échantillons Hêtre, direction tangentielle, fréquence : 1 Hz.....	162
Figure IV- 11 : Représentation schématique des rayons ligneux dans les plans RT et LR.....	163
Figure IV- 12 : Vues microscopiques des vaisseaux obstrués. (ESEM, LERMAB clichés F.Huber).....	163
Figure IV- 13 : Module de stockage (0.1 Hz, 40°C).....	164
Figure IV- 14 : Evolution des modules de stockage en fonction de la température et de la direction matérielle pour les deux appareils (fréquence : 1Hz).....	165
Figure IV- 15 : Evolution du facteur de perte en fonction de la température et de la direction matérielle et de la fréquence.....	166
Figure IV- 16 : Evolution du facteur de perte en fonction de la température et de la direction matérielle pour des échantillons de Chêne (fréquence 1 Hz).....	167
Figure IV- 17 : Description d'un protocole expérimental type.....	170
Figure IV- 18 : Détermination de la température de ramollissement à partir du pic de $\tan\delta$ .....	171
Figure IV- 19 : Schéma descriptif de l'échantillonnage du bois de Chêne.....	172
Figure IV- 20 : Evolution du module de stockage (a), du module de perte (b) et du facteur de perte(c) en fonction de la température et de la fréquence pour un échantillon de <u>Chêne</u> , dans la direction <u>radiale</u> . ....	174
Figure IV- 21 : Evolution du facteur de perte pour un échantillon d'épicéa (Picea abies) saturé en eau sollicité dans le plan transverse à différentes fréquences (d'après Salmén 1984).....	175
Figure IV- 22 : Evolution du module de perte et du facteur de perte pour un échantillon de chêne saturé en eau sollicité dans la direction radiale à une fréquence de 0.5 Hz.....	176
Figure IV- 23 : Evolution du facteur de perte en fonction de la température à une fréquence de 0.005 Hz pour un échantillon de Chêne en direction radiale.....	177
Figure IV- 24 : Lissage des courbes du facteur de perte en fonction de la température. ....	177
Figure IV- 25 : Comparaison des propriétés viscoélastiques en fonction de la direction matérielle pour du bois de Chêne (fréquence : 1 Hz).....	179
Figure IV- 26 : Comparaison des propriétés viscoélastiques en fonction de la direction matérielle pour du bois de Hêtre (fréquence : 1 Hz).....	181
Figure IV- 27 : Evolution du module de stockage dans des conditions isothermes en fonction de la fréquence de sollicitation (bois de Hêtre, direction radiale).....	182
Figure IV- 28 : Courbe maîtresse pour un échantillon de Hêtre prélevé dans la direction radiale ( $T_0 = 75^\circ\text{C}$ ).....	183
Figure IV- 29 : Validité de la loi WLF. a- Détermination des constantes de la loi WLF. b- Evolution du facteur de translation en fonction de la différence de température ( $T-T_0$ ). $T_0 = 75^\circ\text{C}$ .....	184
Figure IV- 30 : Courbes maîtresses en fonction de la direction matérielle pour deux essences de feuillus : le Chêne et le Hêtre ( $T_{réf} = 55^\circ\text{C}$ ).....	185
Figure IV- 31 : Diagramme d'Arrhénius.....	187
Figure IV- 32 : Diagramme Cole-Cole d'un échantillon de Chêne dans la direction radiale. Les mesures sont effectuées dans une plage de fréquence de 1 à $5.10^{-3}$ Hz et de température de 5 à $95^\circ\text{C}$ .....	188
Figure IV- 33 : Extrapolation à partir des points expérimentaux des deux mécanismes de transition superposés.....	188
Figure IV- 34 : Diagramme Cole-Cole pour le même échantillon de Chêne en direction radiale (fréquence : 1 à $5.10^{-3}$ Hz, température : 5 à $95^\circ\text{C}$ ). a- représentation des températures pour chaque fréquence de sollicitation. b – représentation des fréquences pour chaque palier de température.....	189
Figure IV- 35 : Corrélation entre les zones d'équivalence temps-température et les pics de ramollissement ...	190

Figure IV- 36 : Diagramme Cole-Cole simulé grâce à un modèle composé de 4 éléments de Kelvin identifiés à l'aide d'essais de fluage sur du bois de Chêne en direction radiale (d'après Passard & Perré, 2005). La simulation est effectuée pour des fréquences variant entre $3.10^{-5}$ Hz et $1.5. 10^{-2}$ Hz.....	191
Figure IV- 37 : Comparaison entre des courbes simulées et mesurées. Chêne direction radiale. Fréquence : $5.10^3$ à 1 Hz.....	192
Figure IV- 38 : Photo du Peuplier incliné .....	193
Figure IV- 39 : Coupe transversale du bois de Peuplier .....	194
Figure IV- 40 : Photos réalisées au microscope électronique du bois de tension et du bois opposé.....	194
Figure IV- 41 : Evolution du module de stockage en fonction de la température, de la nature du bois et de la direction matérielle. Fréquence de sollicitation : 1Hz.....	196
Figure IV- 42 : Evolution du facteur de perte en fonction de la température, de la nature du bois et de la direction matérielle. Fréquence de sollicitation : 0,1Hz.....	196
Figure IV- 43 : Evolution de la température de ramollissement du bois en fonction du ratio S/G de la lignine (d'après Olsson & Salmén 1992).....	197
Figure IV- 44 : Photos et coupes microscopiques du bois d'Epicéa.....	199
Figure IV- 45 : Descriptif de l'échantillonnage de l'Epicéa.....	201
Figure IV- 46 : Evolution du module de stockage et du facteur de perte en fonction de la température et de la fréquence. Bois d'Epicéa, bois de compression, direction tangentielle.....	203
Figure IV- 47 : Températures de ramollissement à plusieurs fréquences de sollicitation pour diverses essences de bois d'après Olsson et Salmén (1992).....	203
Figure IV- 48 : Energie d'activation du processus de ramollissement pour plusieurs essences de bois d'après Olsson et Salmén (1992).....	204
Figure IV- 49 : Evolution du module de stockage et du facteur de perte pour une fréquence de sollicitation de 5 mHz.....	204
Figure IV- 50 : Représentation schématique de l'organisation des différents éléments anatomiques d'un résineux en fonction de la direction matérielle .....	209
Figure IV- 51 : Courbe de distribution de la lignine dans les trachéides d'Epicéa d'après Richard E.Mark dans « Cell Wall Mechanics of Tracheids » 1967. ....	210
Tableau IV- 1 : Modules de stockage des différents échantillons de Hêtre en fonction de la direction matérielle et de l'appareil de mesure. fréquence : 0.1Hz, température : 40°C. ....	161
Tableau IV- 2 : Comparaison des modules de stockage déterminés par le WAVE <sup>T</sup> aux modules d'élasticité déterminés par Passard & Perré dans des essais de fluage .....	178
Tableau IV- 3 : Comparaison des températures de ramollissement récoltées par le WAVE <sup>T</sup> aux données bibliographiques de Saadi (2002).....	179
Tableau IV- 4 : Comparaison des résultats obtenus pour le Chêne et pour le Hêtre .....	181
Tableau IV- 5 : Récapitulatif des énergies d'activation déterminées à l'aide des lois d'Arrhénius et WLF .....	186
Tableau IV- 6 : Comparaison de la composition biochimique du bois de tension et du bois normal opposé.....	198
Tableau IV- 7 : Comparaison de la composition biochimique du bois de compression et du bois normal .....	201
Tableau IV- 8 : Evolution du module de stockage, fréquence 1Hz .....	202
Tableau IV- 9 : Ratio $E'(5^{\circ}C)/E'(90^{\circ}C)$ pour les diverses essences, types de bois et directions matérielles testées à une fréquence de sollicitation de 1Hz.....	206
Tableau IV- 10 : Synthèse des propriétés viscoélastiques de 4 essences courantes de bois tempéré .....	207

## Chapitre V

Figure V- 1: Photo globale du dispositif expérimental.....	216
Figure V- 2 : Schéma du principe de fonctionnement de l'enceinte pressurisée .....	217
Figure V- 3 : Représentation schématique des flux à l'intérieur de l'enceinte.....	219

## Table des illustrations

Figure V- 4 : Photos du dispositif expérimental. a- Enceinte climatique ouverte, le support d'échantillon est accessible. b- Dispositif en fonctionnement, enceinte climatique fermée, échantillon immergé dans l'eau à l'intérieur de l'enceinte.....	220
Figure V- 5 : Descriptif de la partie inférieure de la chambre de conditionnement.....	221
Figure V- 6 : Photo du support d'échantillon.....	222
Figure V- 7 : Photo des mors de sollicitation.....	222
Figure V- 8 : Descriptif détaillé du banc d'essai.....	223
Figure V- 9 : Pilotage à distance des platines de déplacement.....	224
Figure V- 10 : Vue globale du dispositif avec les éléments de protection.....	224
Figure V- 11 : Evolution de la température et de l'humidité relative dans les deux parties de l'enceinte.....	225
Figure V- 12 : Evolution des propriétés viscoélastiques du bois de Sapin saturé en eau en fonction de la température et de la direction matérielle (fréquence de sollicitation : 1 Hz). a- Module de stockage et facteur de perte. b- Module de perte.....	227
Figure V- 13 : Diagramme Cole-Cole pour du bois de Sapin saturé en eau pour les directions radiale et tangentielle (fréquence de sollicitation : 1 Hz.....	227
Figure V- 14 : Superposition des courbes de $\tan\delta$ en fonction de la température à une fréquence de 1 Hz enregistrées avec les deux dispositifs pour du bois de compression d'Epicéa prélevé dans la direction tangentielle.....	228
Figure V- 15 : Evolution des propriétés viscoélastiques d'un échantillon de bois de compression d'Epicéa prélevé dans la direction tangentielle (fréquence : 1 Hz). a- Evolution de $E'$ et $\tan\delta$ en fonction de la température. b- Evolution de $E''$ en fonction de la température et du module de stockage (Cole-Cole).....	229
Figure V- 16 : Comparaison des propriétés viscoélastiques du bois normal et du bois de compression d'Epicéa (fréquence 1 Hz).....	230
Figure V- 17 : Montée en température de 15 à 135°C dans le bain d'eau de l'enceinte climatique.....	231
Figure V- 18 : Evolution des propriétés viscoélastiques d'un échantillon de Chêne soumis à un échelon ascendant (fréquence 1 Hz). a- Evolution de $E'$ et $\tan\delta$ en fonction de la température. b- Evolution de $E''$ en fonction de la température et du module de stockage (Cole-Cole).....	232
Figure V- 19 : Evolution de la température du bain d'eau soumis à un échelon de température ascendant puis à un échelon descendant.....	233
Figure V- 20 : Evolution des propriétés viscoélastiques lors d'un échelon ascendant de température suivi d'un échelon descendant (bois de chên, fréquence 1 Hz). a – $E'$ et $\tan\delta$ . b- $E''$ .....	234
Figure V- 21 : Evolution du module de stockage d'un échantillon de Chêne lors de plusieurs échelons successifs de température ascendante et descendante pour une fréquence de sollicitation de 1 Hz.....	235
Figure V- 22 : Evolution du facteur de perte d'un échantillon de Chêne lors de plusieurs échelons successifs de température ascendante et descendante (fréquence : 1 Hz).....	236
Figure V- 23 : Evolution du module de perte d'un échantillon de Chêne lors de plusieurs échelons successifs de température ascendante et descendante (fréquence : 1 Hz).....	236
Figure V- 24 : Synthèse dans le diagramme Cole-Cole des propriétés viscoélastiques mesures au cours des paliers de température ascendants et descendants successifs (Chêne, fréquence : 1 Hz).....	237
Figure V- 25 : Evolution du module de stockage et du facteur de perte d'un échantillon de Sapin lors de plusieurs échelons successifs de température ascendante et descendante (fréquence : 1 Hz).....	238
Figure V- 26 : Evolution du module de perte d'un échantillon de Sapin lors de plusieurs échelons successifs de température ascendante et descendante (fréquence : 1 Hz).....	238
Figure V- 27 : Température de ramollissement de plusieurs essences de bois pour une fréquence de sollicitation de 1Hz.....	239
Figure V- 28 : Utilisation de la chambre bi-climatique pour des essais à faible température.....	240
Figure V- 29 : Evolution des conditions hygro-thermiques à l'intérieur de l'enceinte.....	241
Figure V- 30 : Evolution des propriétés viscoélastiques d'un échantillon de chêne prélevé dans du bois vert (MC : 52%) en direction radiale sur une plage de température de -20°C à 30°C (fréquence de sollicitation 1 Hz). a- Evolution de $E'$ et $\tan\delta$ . b- Evolution de $E''$ .....	242

<i>Figure V- 31 : Evolution du module de stockage et du facteur de perte d'un échantillon de chêne à une teneur en eau de 52% sollicité dans la direction radiale à diverses fréquences.....</i>	<i>243</i>
<i>Figure V- 32 : Evolution du module de stockage et du facteur de perte d'un échantillon de chêne sollicité dans la direction radiale à une fréquence de 1 Hz à divers teneurs en eau.....</i>	<i>244</i>
<i>Figure V- 33 : Superposition des propriétés viscoélastiques du bois de Chêne en direction radiale collectées à l'aide d'essais à basses et hautes températures (fréquence de sollicitation 1 Hz) .....</i>	<i>246</i>
<i>Figure V- 34 : Superposition dans un diagramme Cole-Cole des propriétés viscoélastiques collectées à l'aide d'essais à basses et hautes températures pour du bois de Chêne en direction radiale à une fréquence de sollicitation de 1 Hz .....</i>	<i>247</i>
<i>Figure V- 35 : Comparaison des protocoles expérimentaux utilisés pour mesurer l'activation et la dégradation thermiques des propriétés viscoélastiques .....</i>	<i>248</i>
<i>Figure V- 36 : Evolution du module de stockage d'un échantillon de Chêne en direction radiale lors de la montée en température (fréquence : 1 Hz).....</i>	<i>249</i>
<i>Figure V- 37 : Evolution du module de stockage d'un échantillon de Chêne en direction radiale au cours du temps à divers paliers isothermes (100, 110 et 135°C) pour une fréquence de sollicitation de 1 Hz.....</i>	<i>250</i>
<i>Figure V- 38 : Evolution du module de perte d'un échantillon de Chêne en direction radiale au cours du temps à divers paliers isothermes (100, 110 et 135°C) pour une fréquence de sollicitation de 1 Hz.....</i>	<i>251</i>
<i>Figure V- 39 : Evolution du coefficient de perte d'un échantillon de Chêne en direction radiale au cours du temps à divers paliers isothermes (100, 110 et 135°C) pour une fréquence de sollicitation de 1 Hz.....</i>	<i>252</i>
<i>Figure V- 40 : Evolution du module de stockage d'un échantillon de Chêne au cours du temps en fonction de la fréquence de sollicitation (1 et 0.1 Hz) pour un traitement thermique à 100°C .....</i>	<i>253</i>
<i>Figure V- 41 : Evolution du module de stockage d'un échantillon de Chêne en direction tangentielle au cours du temps à divers paliers isothermes (100, 110 et 135°C) pour une fréquence de sollicitation de 1 Hz.....</i>	<i>254</i>
<i>Figure V- 42 : Aspect des échantillons radiaux de Chêne après traitement thermique en milieu aqueux à divers paliers de température pendant une vingtaine d'heures, puis séchage.....</i>	<i>255</i>
<i>Figure V- 43 : Images microscopiques d'un bois de Chêne traité à 135°C en milieux aqueux pendant 24 heures (ESEM, LERMAB, clichés F.Huber).....</i>	<i>256</i>
<i>Figure V- 44: Pourcentage d'unités liées uniquement par liaisons <math>\beta</math>-O-4 .....</i>	<i>259</i>
<i>Figure V- 45 : Evolution du module de stockage d'un échantillon d'Epicéa en direction radiale au cours du temps à divers paliers isothermes (100, 110 et 135°C) pour une fréquence de sollicitation de 1 Hz.....</i>	<i>260</i>
<i>Figure V- 46 : Evolution du module de stockage d'un échantillon d'Epicéa en direction tangentielle au cours du temps à divers paliers isothermes (110 et 135°C) pour une fréquence de sollicitation de 1 Hz.....</i>	<i>260</i>
<i>Figure V- 47 : Evolution du module de stockage d'un échantillon d'Epicéa au cours du temps en fonction de la fréquence de sollicitation (1 et 0.1 Hz) pour un traitement thermique à 110°C (échantillon de la direction tangentielle).....</i>	<i>261</i>
<i>Figure V- 48 : Aspect des échantillons d'Epicéa de la direction radiale, saturés en eau, après traitement à différentes températures pendant une vingtaine d'heures.....</i>	<i>262</i>
<i>Figure V- 49 : Images microscopiques du bois d'Epicéa saturé en eau avant et après traitement thermique à 135°C en milieu aqueux pendant 24 heures (ESEM, LERMAB, clichés F.Huber) .....</i>	<i>263</i>
<i>Figure V- 50 : Aspect des échantillons d'Epicéa traités thermiquement après séchage.....</i>	<i>264</i>
<i>Tableau V- 1 : Température de ramollissement du bois d'Epicéa en fonction de la nature du bois et de la direction matérielle (fréquence 1 Hz) .....</i>	<i>230</i>
<i>Tableau V- 2 : Synthèse de l'évolution des propriétés viscoélastiques au fur et à mesure des « allers-retours » pour le bois de Chêne (fréquence : 1 Hz).....</i>	<i>237</i>
<i>Tableau V- 3 : Evolution du module de stockage en fonction de la température et de la durée d'exposition pour des échantillons de Chêne prélevés dans les directions radiale et tangentielle (fréquence : 1 Hz).....</i>	<i>254</i>
<i>Tableau V- 4 : Evolution de la teneur en cellulose, hémicelluloses et lignine en fonction de la sévérité du traitement hygrothermique (les chiffres en italique apparaissant sous les teneurs correspondent à l'écart moyen).....</i>	<i>257</i>
<i>Tableau V- 5 : Pourcentages en produits monomères H, G et S issus du bois des échantillons testés.....</i>	<i>258</i>

## Table des illustrations

<i>Tableau V- 6 : Evolution du module de stockage en fonction de la température et de la durée d'exposition pour des échantillons d'Epicéa prélevés dans les directions radiale et tangentielle (fréquence : 1 Hz) .....</i>	<i>261</i>
<i>Tableau V- 7 : Evolution de l'infradensité et des dimensions des échantillons avant et après traitement thermique .....</i>	<i>262</i>
 <b>Annexes</b>	
<i>Figure A.I- 1 : Représentation de l'écrasement du bois au niveau de l'encastrement.....</i>	<i>301</i>
<i>Figure A.I- 2 : Evolution de l'écrasement du bois en fonction de la largeur d'encastrement .....</i>	<i>303</i>
<i>Figure A.II- 1 : Poutre soumise à une force extérieure .....</i>	<i>304</i>
<i>Figure A.II- 2 : Représentation des efforts normaux dans une section de poutre.....</i>	<i>305</i>
<i>Figure A.II- 3: Représentation de la configuration Cantilever.....</i>	<i>306</i>
<i>Figure A.II- 4 : Représentation du cisaillement au niveau de l'encastrement d'une poutre.....</i>	<i>307</i>
<i>Figure A.IV- 1 : Configuration mécanique d'une éprouvette isocontrainte .....</i>	<i>311</i>
<i>Figure A.IV- 2 : Photo des éprouvettes isocontraintes et parallélépipédiques.....</i>	<i>312</i>
<i>Figure A.V- 1 : Evolution du module de stockage (a), du module de perte (b) et du facteur de perte(c) en fonction de la température et de la fréquence pour un échantillon de <u>Chêne</u>, dans la direction <u>tangentielle</u>. .....</i>	<i>313</i>
<i>Figure A.VI- 1 : Evolution du module de stockage (a), du module de perte (b) et du facteur de perte(c) en fonction de la température et de la fréquence pour un échantillon de <u>Hêtre</u>, dans la direction <u>radiale</u>. .....</i>	<i>314</i>
<i>Figure A.VI- 2 : Evolution du module de stockage (a), du module de perte (b) et du facteur de perte(c) en fonction de la température et de la fréquence pour un échantillon de <u>Hêtre</u>, dans la direction <u>tangentielle</u>.....</i>	<i>315</i>
<i>Figure A.VI- 3 : Représentation des diagrammes Cole-Cole pour le bois de Hêtre sur une plage de 5 à 95°C. a – Mesures en direction radiale pour des fréquences variant entre 5 et 0.01 Hz. b – Mesures en direction tangentielle pour des fréquences variant entre 1 et 0.01 Hz.....</i>	<i>316</i>
<i>Figure A.VII- 1 : Evolution du module de stockage (a), du module de perte (b) et du facteur de perte(c) en fonction de la température et de la fréquence pour un échantillon <u>de bois de tension de Peuplier</u>, dans la direction <u>radiale</u>.....</i>	<i>317</i>
<i>Figure A.VII- 2 : Evolution du module de stockage (a), du module de perte (b) et du facteur de perte(c) en fonction de la température et de la fréquence pour un échantillon <u>de bois de normal opposé de Peuplier</u>, dans la direction <u>radiale</u>.....</i>	<i>318</i>
<i>Figure A.VII- 3 : Evolution du module de stockage (a), du module de perte (b) et du facteur t de perte(c) en fonction de la température et de la fréquence pour un échantillon <u>de bois de tension de Peuplier</u>, dans la direction <u>tangentielle</u>. .....</i>	<i>319</i>
<i>Figure A.VII- 4 : Evolution du module de stockage (a), du module de perte (b) et du facteur de perte(c) en fonction de la température et de la fréquence pour un échantillon <u>de bois de normal opposé de Peuplier</u>, dans la direction <u>tangentielle</u>. .....</i>	<i>320</i>
<i>Figure A.VII- 5 : Diagrammes Cole-Cole pour les différents types de bois de Peuplier.....</i>	<i>321</i>
<i>Figure A.VIII- 1 : Evolution du module de stockage (a), du module de perte (b) et du facteur de perte(c) en fonction de la température et de la fréquence pour un échantillon <u>de bois de compression d'Epicéa</u>, dans la direction <u>tangentielle</u>. .....</i>	<i>322</i>
<i>Figure A.VIII- 2 : Evolution du module de stockage (a), du module de perte (b) et du facteur de perte(c) en fonction de la température et de la fréquence pour un échantillon <u>de bois normal d'Epicéa</u>, dans la direction <u>radiale</u>.....</i>	<i>323</i>

---

<i>Figure A.VIII- 3 : Evolution du module de stockage (a), du module de perte (b) et du facteur de perte(c) en fonction de la température et de la fréquence pour un échantillon de bois normal d'Epicéa, dans la direction tangentielle.....</i>	324
<i>Figure A.VIII- 4 : Diagrammes Cole-cole pour les différents types de bois d'Epicéa.....</i>	325
<i>Figure A.IX- 1 : Extrait du programme développé, données d'entrée et paramètres identifiés.....</i>	329
<i>Figure A.IX- 2 : Evolution de la fraction volumique de vapeur en fonction de la longueur de l'enceinte pour un flux d'air donné.....</i>	330
<i>Figure A.IX- 3 : Evolution du flux de vapeur en fonction de la longueur de l'enceinte pour un flux d'air donné .....</i>	330



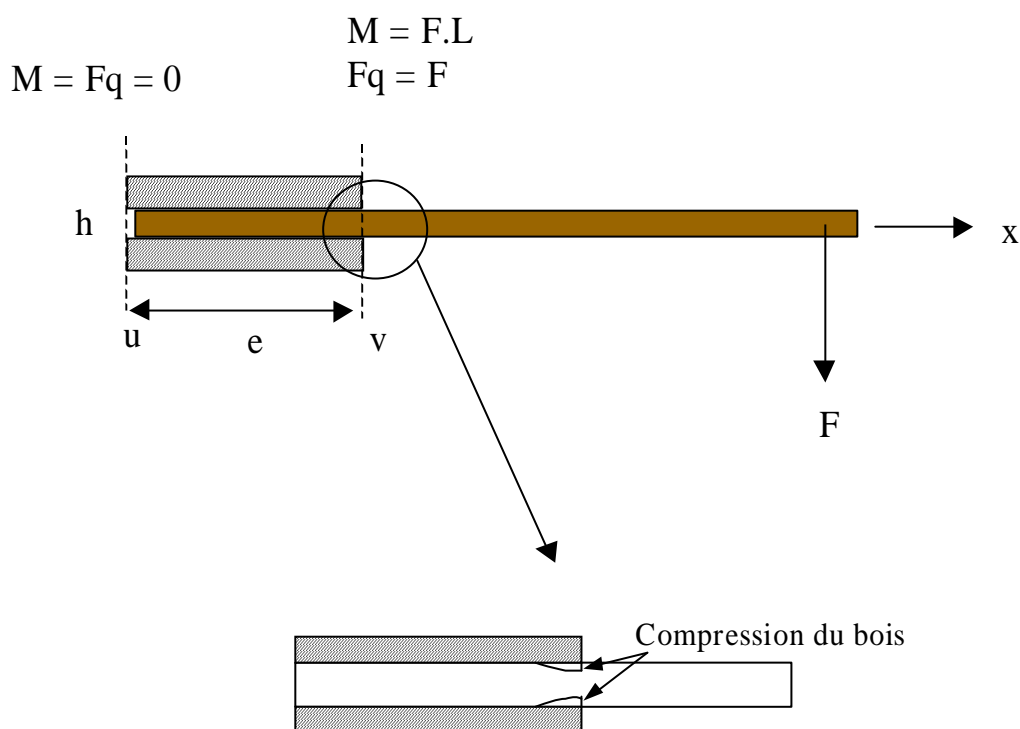


**ANNEXES**



## Annexe I : Approximation de la déformée engendrée par l'écrasement d'un échantillon de bois au niveau de l'encastrement dans des essais de flexion

Il est possible de calculer la déflexion engendrée par la compression d'un échantillon de bois au niveau de l'encastrement dans des essais de flexion simple encastrement. A ce niveau, l'échantillon n'est pas écrasé sur toute la longueur de l'encastrement mais surtout au bord de l'encastrement (Figure A.I- 1). Cette compression du bois conduit à considérer la largeur d'encastrement plus importante qu'elle ne l'est réellement. Le calcul suivant permet de donner un ordre de grandeur de l'erreur commise.



$h$  : épaisseur de l'échantillon (m)

$b$  : largeur de l'échantillon (m)

$L$  : distance du support de l'échantillon au point d'application de la force (m)

$e$  : largeur d'encastrement

$F$  : force (N)

$M$  : moment fléchissant (N.m)

**Figure A.I- 1 : Représentation de l'écrasement du bois au niveau de l'encastrement**

Soit  $F_q$  l'effort tranchant,  $F_q = -\frac{dM}{dx}$ .

On note  $q$  la charge linéique au niveau de l'encastrement :  $q = -\frac{dF_q}{dx}$ .

Nous supposons le chargement linéique de la forme :  $q = -E_L b \frac{h(x)}{h}$ , avec  $h(x)$  la fonction décrivant l'écrasement de l'échantillon au niveau de l'encastrement.

Le moment fléchissant résultant de la force  $F$  appliquée à l'extrémité de l'échantillon est notée  $M$  et s'écrit  $M = -E_R I h''$ .  $E_R$  est le module d'élasticité du bois en direction radiale,  $E_L$  le module en direction longitudinale.

En combinant les équations précédentes et en dérivant deux fois, on obtient l'équation différentielle du 4<sup>ème</sup> ordre suivante :

$$E_R I h^{(4)}(x) + \frac{E_L b}{h} h(x) = 0$$

L'équation précédente peut être écrite sous la forme suivante:  $A y^{(4)} + B y = 0$ , avec  $A = E_R I$  et  $B = \frac{E_L b}{h}$ . La solution de ce type d'équation est de la forme :  $y(x) = \lambda \exp(\mu x)$ .

En dérivant 4 fois  $y(x)$ , on obtient  $\left(\mu^4 + \frac{B}{A}\right)y(x) = 0$

Pour  $y(x) \neq 0$ ,  $\left(\mu^4 + \frac{B}{A}\right) = 0$ .

D'après les conditions aux limites, en  $x = v$ ,  $M = FL$ .

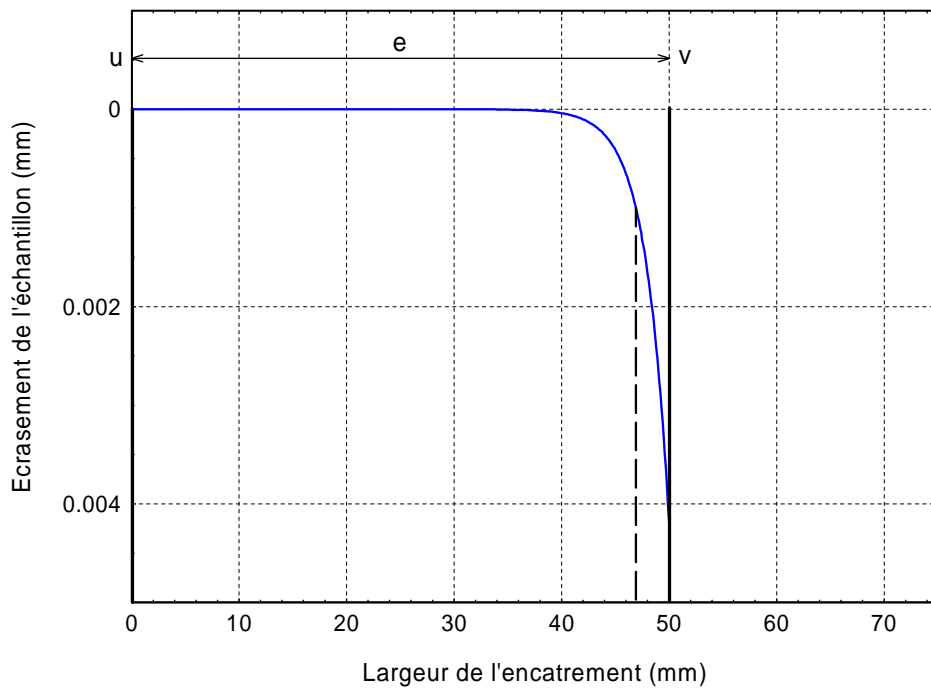
$$y''(v) = \frac{FL}{EI} = \lambda \mu^2 \exp(\mu v)$$

$$\frac{EI}{FL} \lambda \mu^2 \exp(\mu v) = 1$$

On obtient un système de 2 équations à 2 inconnues :

$$\left\{ \begin{array}{l} \left(\mu^4 + \frac{B}{A}\right) = 0 \\ \lambda = \frac{FL}{EI \mu^2 \exp(\mu v)} \end{array} \right.$$

En résolvant ce système d'équation, on trouve les résultats suivants (Figure A.I- 2).



**Figure A.I- 2 : Evolution de l'écrasement du bois en fonction de la largeur d'encastrement**

En prenant des modules  $E_R$  et  $E_L$  pour un échantillon de bois saturé en eau et à forte température (environ  $90^\circ\text{C}$ ), on constate que l'écrasement du bois est perceptible sur quelques millimètres d'encastrement. En considérant un encastrement de 50 mm alors qu'en réalité l'échantillon est encasté sur seulement 48 mm, l'écart de 2 mm induit une erreur de l'ordre de 10% sur le calcul de la flèche.

## Annexe II : Calcul de la déformée d'une poutre en simple encastrement

Soit une poutre horizontale de section constante que nous supposons soumise à une force extérieure perpendiculaire à l'axe neutre. Soit  $S$  la section d'abscisse  $x$ . Supprimons par la pensée la partie à droite de cette section  $S$  (Figure A.II- 1). L'influence de la partie éliminée sur cette section doit être remplacée par la résultante sur  $S$  des forces appliquées sur la portion supprimée. Ces efforts sont représentés par le torseur des forces  $\{T\}$ , constitué des efforts tranchants, notés  $\vec{F}$  et des efforts normaux représentés par le moment fléchissant noté  $\vec{M}$ .

$$\{T\} = \begin{Bmatrix} \vec{F} \\ \vec{M} \end{Bmatrix}_o = \begin{Bmatrix} \vec{F} \\ 0 \end{Bmatrix}_o + \begin{Bmatrix} 0 \\ \vec{M} \end{Bmatrix}_o$$

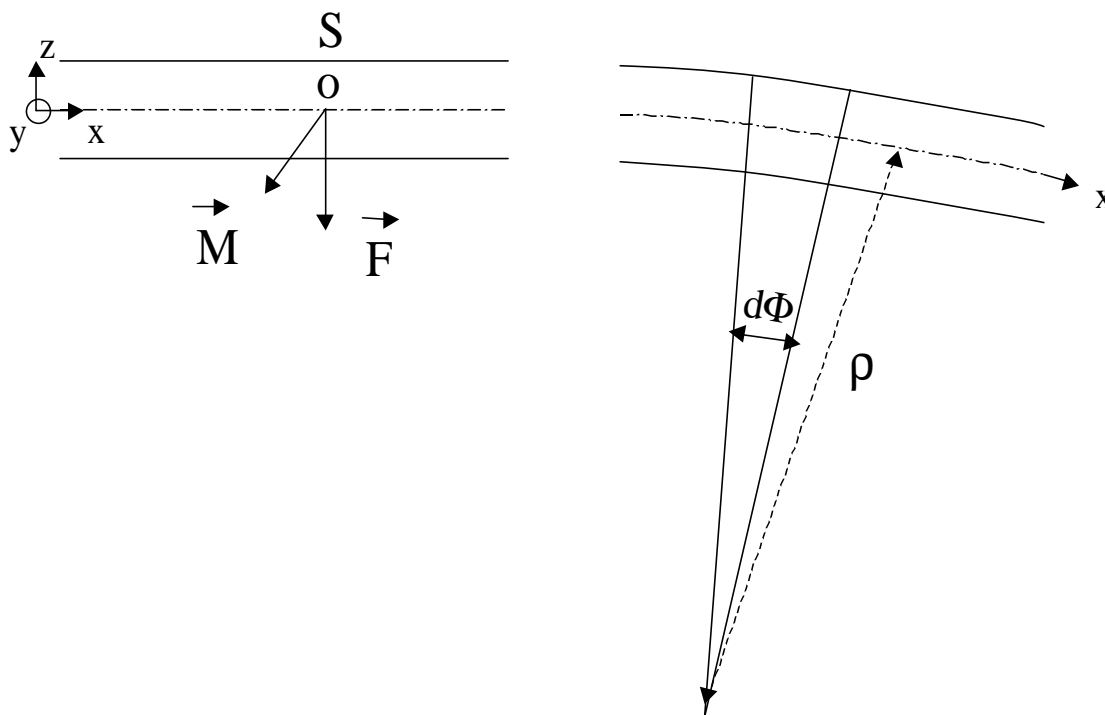
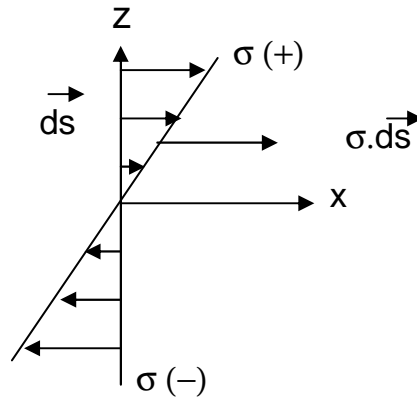


Figure A.II- 1 : Poutre soumise à une force extérieure

### Flèche due au moment fléchissant

Faisons l'hypothèse de Navier-Bernoulli : les points situés dans la section plane  $S$  restent, après déformation, dans un plan perpendiculaire à l'axe neutre. La poutre peut être partagée en lignes parallèles au plan  $xz$ . L'une d'elle, la fibre neutre, ne subira aucun allongement lors de la déformation. Par contre, celles qui sont situées au-dessus de la fibre neutre se déformeront sous l'effet d'une tension alors que celles situées au-dessous se déformeront sous l'effet d'une compression.

On peut représenter les efforts normaux (qui génèrent le moment fléchissant), répartis dans la section  $S$ , par une densité surfacique de force  $\sigma$ . On a  $+\sigma$  au-dessus de l'axe neutre pour une traction,  $-\sigma$  en dessous de l'axe neutre pour une compression (Figure A.II- 1).



**Figure A.II- 2 : Représentation des efforts normaux dans une section de poutre**

Du fait que ces efforts normaux, répartis sur la section transversale, représentent un système équivalent à un couple, leur résultante suivant x est nulle, d'où :

$$\int \sigma ds = 0 \quad (1)$$

Le moment M s'exprime :

$$M = \int \sigma z ds \quad (2)$$

D'après la loi de Hooke  $\sigma = E \frac{\Delta l}{l}$ . L'allongement relatif  $\frac{\Delta l}{l}$  pour la fibre située à la hauteur z vaut :

$$\frac{(\rho + z)d\Phi - \rho d\Phi}{dx} = z \frac{d\Phi}{dx} = \frac{1}{\rho} z$$

Par conséquent :  $\sigma = E \frac{z}{\rho}$

Le rayon de courbure  $\rho$  est une constante pour une section donnée.

$$(1) \text{ devient : } \frac{E}{\rho} \int z dy dz = 0$$

Ceci signifie que le moment de la section par rapport à l'axe y qui est la fibre neutre est nul. Il s'ensuit que la fibre neutre passe par le centre de gravité de toute section et contient donc l'axe de la poutre qu'on appelle ligne élastique.

$$(2) \text{ devient : } M = \frac{E}{\rho} \int z^2 dy dz = \frac{EI}{\rho}$$

Il est maintenant possible d'écrire l'équation différentielle permettant de déterminer la ligne  $z = z(x)$ . Comme la flexion est faible (hypothèse des petites perturbations), la ligne élastique ne s'écartera guère de la direction horizontale. Cela signifie que l'angle entre la tangente à cette ligne et l'axe x est toujours petit ; donc

$$\tan \alpha = \frac{dz}{dx} = z' \ll 1$$

L'expression de la courbure est :



$$\frac{1}{\rho} = \frac{-z''}{(1+z'^2)^{\frac{3}{2}}}$$

On choisit  $\rho$  positif pour  $z'' < 0$ , c'est-à-dire concavité vers le bas. L'expression s'écrit :

$$\frac{1}{\rho} \approx z''$$

$$z'' = \frac{M(x)}{EI}$$

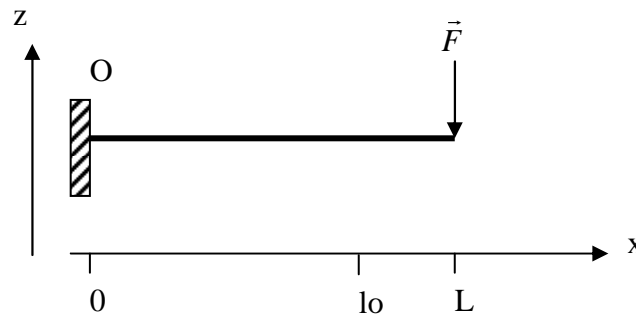


Figure A.II- 3: Représentation de la configuration Cantilever

En écrivant le moment fléchissant dans la poutre, on obtient :

$$M(x) = F(L - x)$$

En notant  $H(x)$  la flèche, on obtient

$$M(x) = -EI H''$$

En intégrant deux fois, on obtient :

$$EI H = EI H_0 + EI H'_0 x + \frac{FLx^2}{2} - \frac{Fx^3}{6}$$

$$H_0 = H'_0 = 0$$

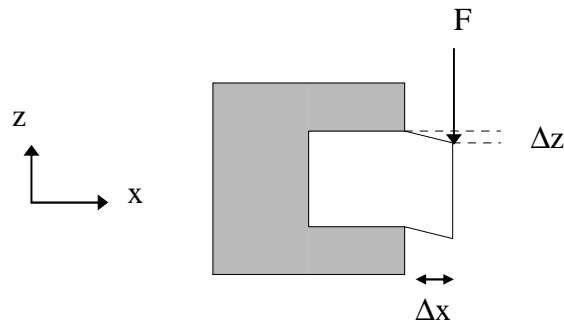
$$\text{en } x = lo : EI H = \frac{FLlo^2}{2} - \frac{Flo^3}{6}$$

$$H = \frac{Flo^2(6L - 2lo)}{bh^3 E}$$

### Flèche due à l'effort tranchant

L'effort tranchant produit une flèche additionnelle, qui se présente sous forme d'un glissement réciproque des sections adjacentes entre elles.

Sous l'action de  $F$ , la section glisse sur elle-même (faible déplacement transversal  $\Delta z$ ) sans se déformer.



**Figure A.II- 4 : Représentation du cisaillement au niveau de l'encastrement d'une poutre**

Soit  $\gamma = \frac{\Delta z}{\Delta x}$  le glissement relatif

La contrainte de cisaillement s'exprime :  $\tau = G.\gamma$

$\gamma = \frac{\tau}{G} = \frac{\alpha V}{AG}$  où  $V/A$  représente le cisaillement moyen,  $G$  le module de cisaillement et  $\alpha$  un facteur numérique que l'on multiplie par le cisaillement moyen pour obtenir le cisaillement au centre de gravité des sections.

$$V = \frac{dM}{dx} \text{ avec } M = F(l - x)$$

$$H'(x) = \gamma = \frac{\alpha V}{AG} = \frac{\alpha F}{bhG}$$

$$H(x) = \frac{\alpha Fl_0}{bhG}$$

Notons également que la flexion de l'échantillon est à l'origine d'une force dans la direction horizontale de l'éprouvette. Pour le niveau de déplacement relativement faible appliqué à l'échantillon dans ce dispositif expérimental (quelques dixièmes de mm), il est possible de montrer que cette force générée horizontalement est négligeable devant la force appliquée à l'échantillon.

### Annexe III : Détermination du coefficient d'amortissement du pot de vibration

#### ▪ Méthode 1

L'évolution de l'amplitude du déplacement du pot d'accélération en fonction de la fréquence est mesurée à l'aide d'un accéléromètre. Il est ainsi possible de localiser les fréquences de résonance du pot vibrant.

La réponse en fréquence fait apparaître deux pics de résonance. Le premier aux environs de 50 Hz, le second vers 8 kHz. Ces résultats sont conformes aux données du constructeur qui font état de 2 pics. Le premier, à 50 Hz, correspondant à la résonance de la suspension apparaissant entre l'élément mobile et son attache, et le second, aux environs de 18 kHz, qui correspond à la résonance propre de l'élément.

L'écart entre 8 et 18 kHz s'explique d'une part par la différence de masse (passage de 18 g à 50 g avec l'accéléromètre) et d'autre part par la perturbation du signal due à la fréquence de coupure du conditionneur de l'accéléromètre.

Dans le cadre de notre expérience, et en particulier en considérant la plage de fréquence de nos mesures, seule la résonance proche de 50 Hz nous intéresse.

A partir du pic de résonance qui apparaît à la fréquence de 47 Hz (Figure A.III- 1), il est possible de déterminer le coefficient d'amortissement du pot de vibration.

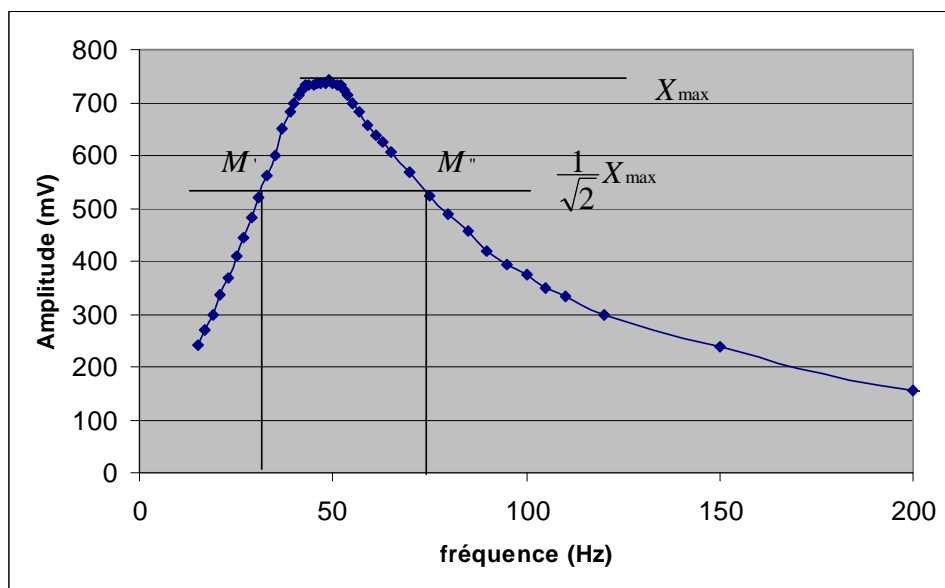


Figure A.III- 1: Pic de résonance du pot vibrant enregistré à l'aide d'un accéléromètre

Soit  $\omega_0$  la pulsation propre. A partir du pic de résonance, nous trouvons  $\omega_0 = 295 \text{ rad.s}^{-1}$ .

$$X_{\max} = 744 \text{ mV}$$

$$\frac{1}{\sqrt{2}} X_{\max} = 526 \text{ mV}$$

$$\omega' = 195 \text{ rad.s}^{-1} \text{ et } \omega'' = 459 \text{ rad.s}^{-1}$$

$$\eta = \frac{\omega'' - \omega'}{\omega'' + \omega'}$$

$\eta$  représente le rapport entre le coefficient d'amortissement du système et le coefficient d'amortissement critique.

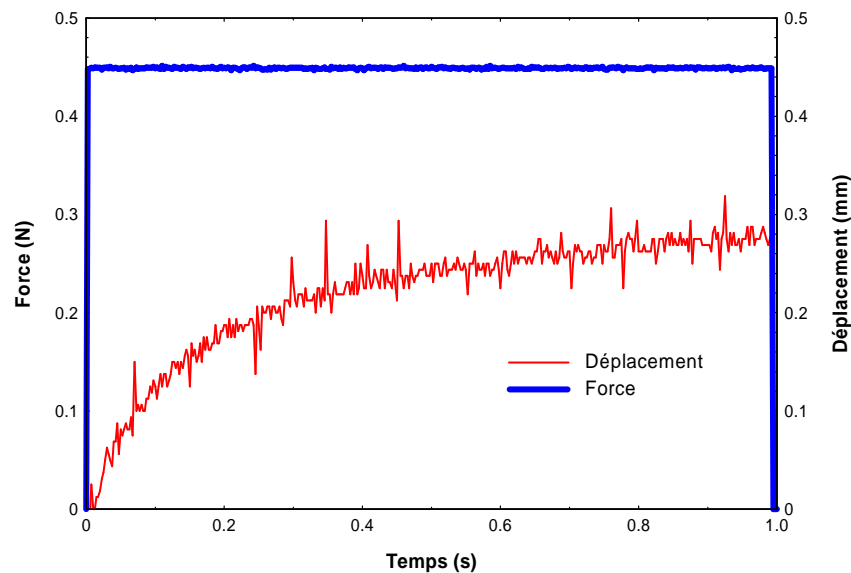
$$\eta = 0.4$$

$$c = 2m\omega_0\eta$$

On trouve finalement,  $c = 11,9 \text{ kg.s}^{-1}$

#### ▪ Méthode 2

La constante d'amortissement peut également être déterminée en étudiant la réponse du pot de vibration à un échelon ascendant en régime forcé. Le déplacement du pot est mesuré à l'aide d'un capteur laser (Figure A.III- 2).



**Figure A.III- 2 : Evolution du déplacement du pot vibrant en réponse à un échelon ascendant de force**

Le système répond à une équation différentielle d'ordre 2 à coefficients constants avec un second membre, de la forme :

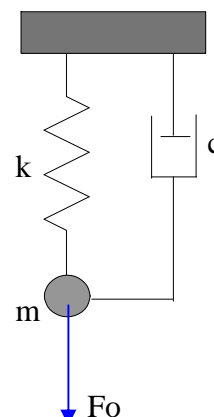
$$m\ddot{x} + c\dot{x} + kx = F_0$$

La solution est de la forme :  $x = \frac{F_0}{k} + \text{solution générale}$

Recherche de la solution générale

en posant :  $\lambda = -\frac{c}{2m}$  et  $\omega = \sqrt{\frac{k}{m}}$ , on obtient :

$$\ddot{x} + 2\lambda\dot{x} + \omega^2x = 0$$



Pour résoudre cette équation différentielle du second ordre, on écrit le discriminant :

$$r^2 + 2\lambda r + \omega^2 = 0$$

en régime surcritique,  $\Delta > 0$ , les racines sont de la forme :

$$r_1 = -\lambda + \sqrt{\lambda^2 - \omega^2}$$

$$r_2 = -\lambda - \sqrt{\lambda^2 - \omega^2}$$

La solution s'écrit :

$$x = \frac{F_0}{k} + A e^{r_1 t} + B e^{r_2 t}$$

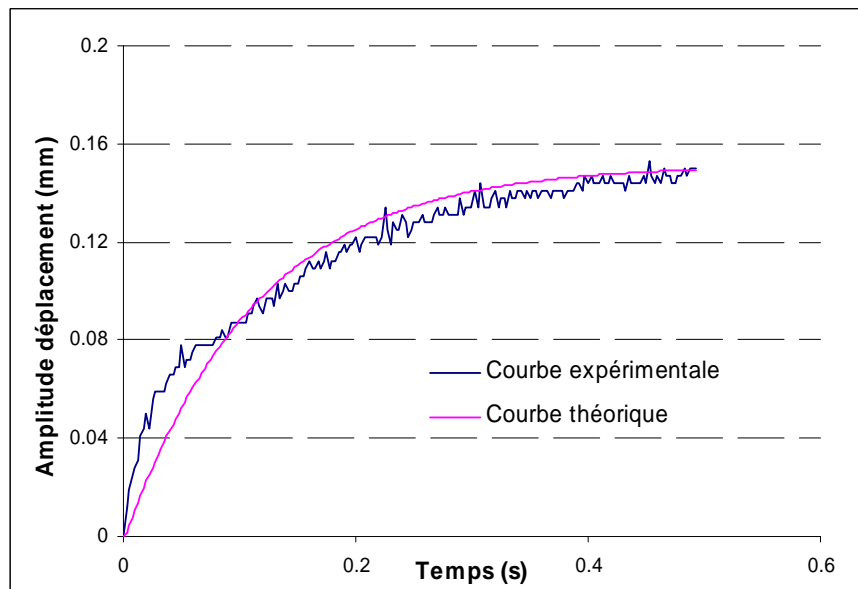
En écrivant les conditions initiales à  $t = 0$ , on obtient :

$$\begin{cases} x(0) = 0 \\ \dot{x}(0) = 0 \end{cases}$$

$$\begin{cases} A = \frac{F_0}{k} \frac{r_2}{r_2 - r_1} \\ B = \frac{F_0}{k} \left( \frac{r_1}{r_1 - r_2} + 1 \right) \end{cases}$$

La valeur du coefficient  $c$  est déterminée de manière à ce que l'équation de la courbe théorique décrive le plus fidèlement possible la courbe formée des points expérimentaux (Figure A.III- 3). L'écart entre les deux courbes est minimisé par la méthode des moindres carrés.

On trouve :  $c = 12,1 \text{ kg.s}^{-1}$

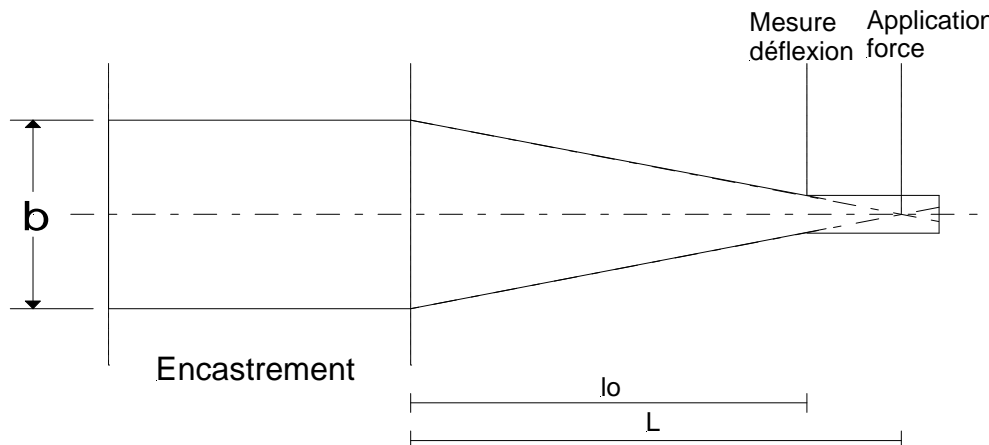


**Figure A.III- 3 : Comparaison de la courbe expérimentale et de la courbe simulée**

Par deux méthodes de détermination différentes, nous avons trouvé une valeur pour le coefficient d'amortissement quasi-identique.  $c_1 = 12 \text{ kg.s}^{-1}$

## Annexe IV : Influence de la géométrie de l'éprouvette sur la mesure des propriétés de rigidité en flexion simple encastrement

Deux géométries d'échantillons de bois ont été testées, des éprouvettes isocontraintes et des éprouvettes parallélépipédiques. Pour des poutres isocontraintes, l'inertie de la poutre diminue linéairement selon des droites qui se rejoignent à l'endroit où est appliquée la charge. Le moment d'inertie est proportionnel au moment de flexion.



b : largeur de l'échantillon à l'encastrement (mm)

h : épaisseur de l'échantillon (mm)

$l_0$  : distance du point de mesure de la déflexion à l'encastrement (mm)

L : distance du point d'application des forces à l'encastrement (mm)

F : charge (N)

H : déflexion (mm)

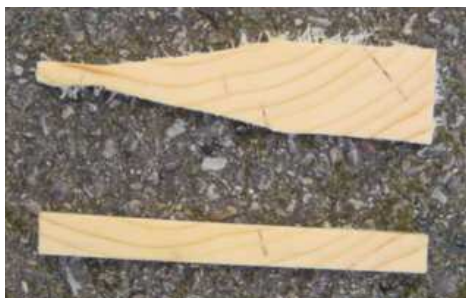
E : module d'Young apparent (MPa)

*Figure A.IV- 1 : Configuration mécanique d'une éprouvette isocontrainte*

Les formules de la Rdm, moyennant quelques approximations, permettent d'établir la formule de déflexion suivante (Cf. Perré et Aguiar, 1999) :

$$H = \frac{6Fl_0^2L}{bh^3E}$$

Afin d'évaluer la différence entre les mesures réalisées avec ce type d'éprouvette et avec des éprouvettes parallélépipédiques, des échantillons de bois d'Epicéa ont été débités sur une même génératrice, dans la direction tangentielle (Figure A.IV- 2) puis testés avec le WAVE<sup>T</sup>. Trois éprouvettes de chaque type ont été testées.



**Figure A.IV- 2 : Photo des éprouvettes isocontraintes et parallélépipédiques**

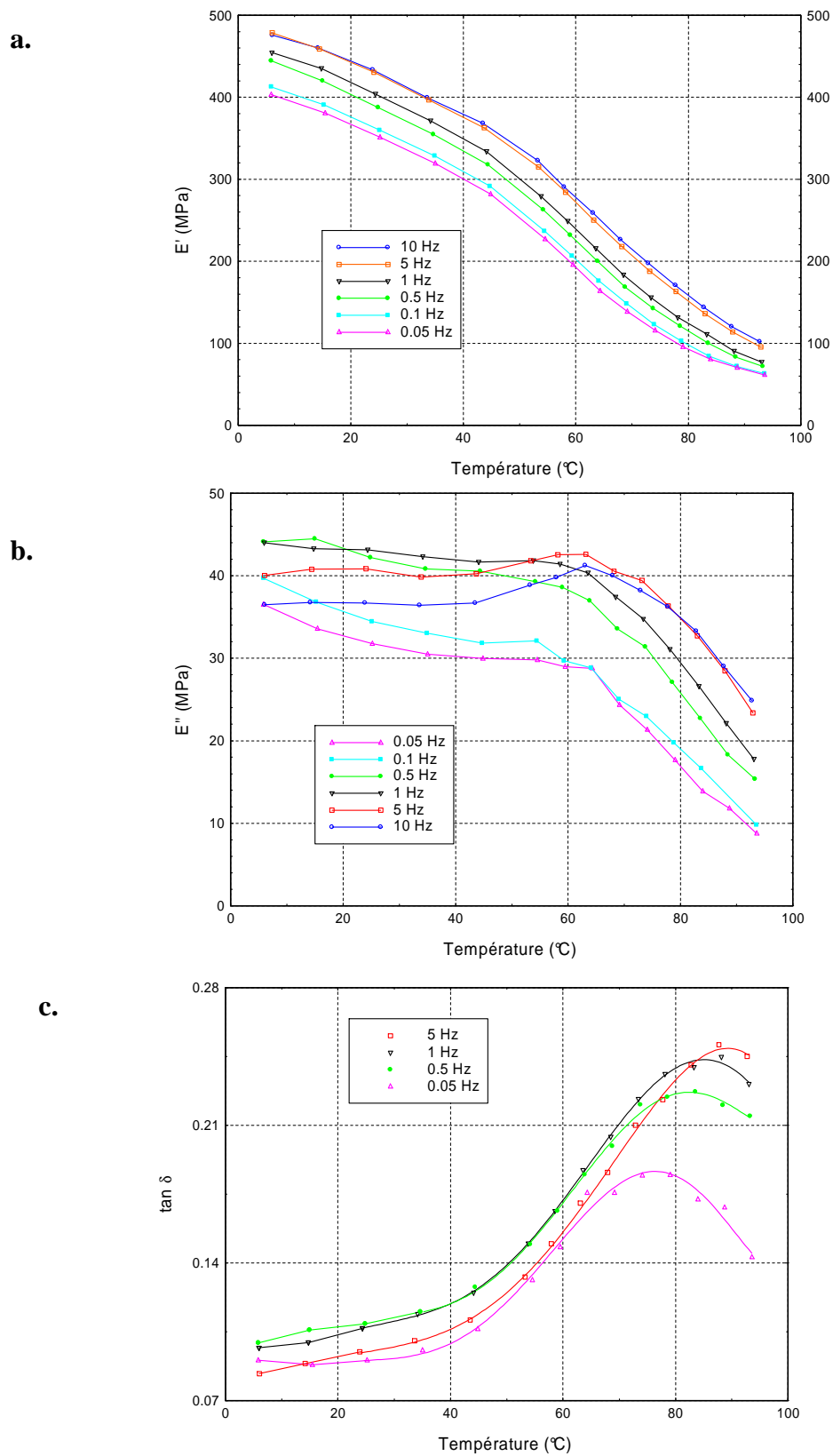
La différence entre les mesures de module de stockage réalisées avec les deux géométries est de l'ordre de 4% (Tableau A.IV- 1). La rigidité des échantillons est légèrement sous-estimée dans les cas des éprouvettes parallélépipédiques.

Notons également que l'écart-type est plus important pour les éprouvettes isocontraintes. En effet, l'usinage d'éprouvettes isocontraintes reste délicat pour ces faibles dimensions d'échantillon, la géométrie n'est pas parfaite, elle induit une erreur. Pour ces raisons, nous avons préféré conserver des éprouvettes de forme parallélépipédique.

	Echantillon	E' (MPa)	Moyenne	Ecart-type
Isocontrainte	IT2	86	87	2.95
	IT3	85		
	IT4	90		
Parallélépipédique	PT2	83	84	0.8
	PT3	83		
	PTN1	84		

**Tableau A.IV- 1 : Module de stockage pour des éprouvettes isocontraintes et parallélépipédiques d'Epicéa (direction tangentielle, fréquence 1 Hz, température 25°C)**

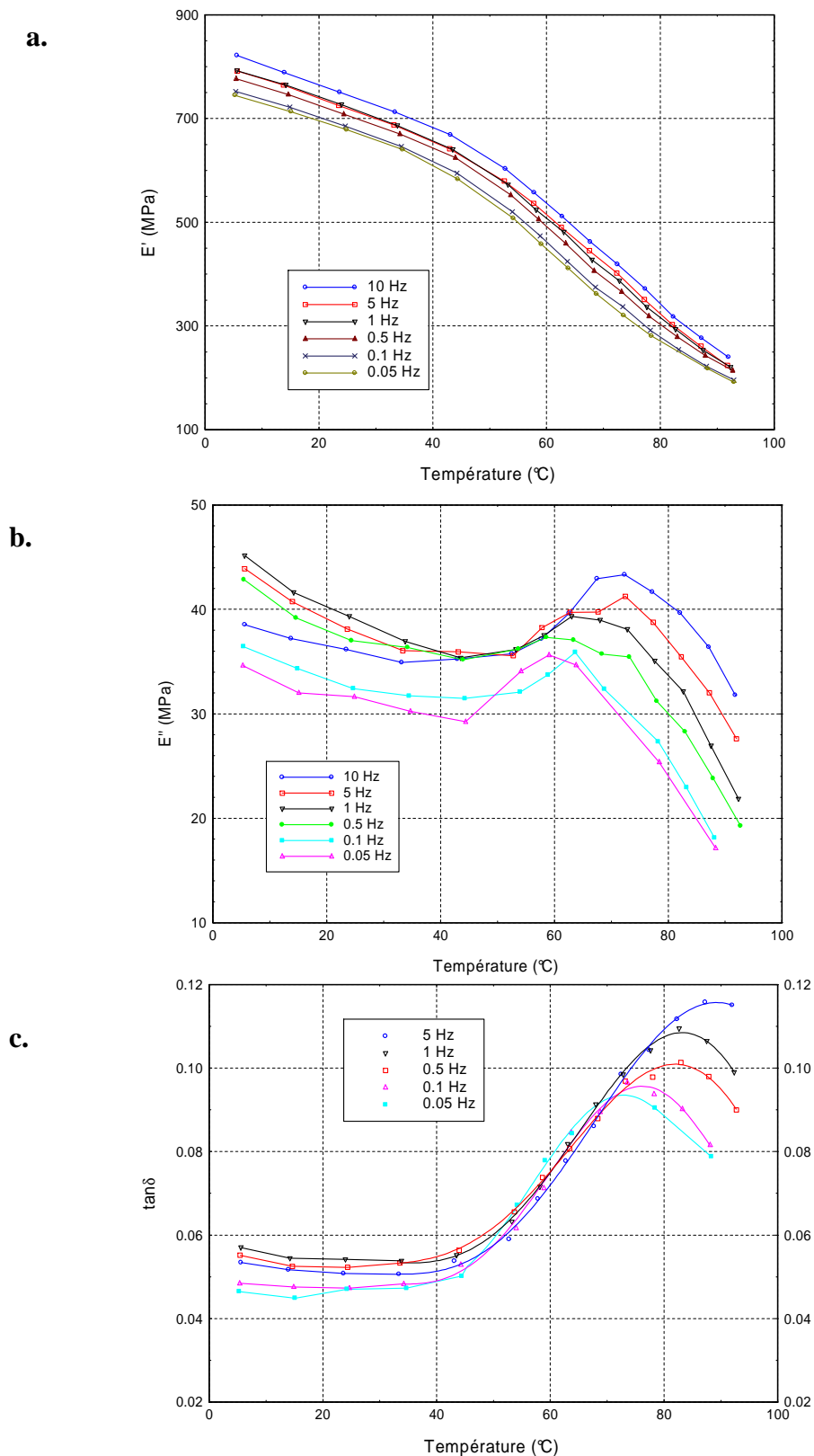
## Annexe V : Propriétés viscoélastiques du bois de Chêne en direction tangentielle



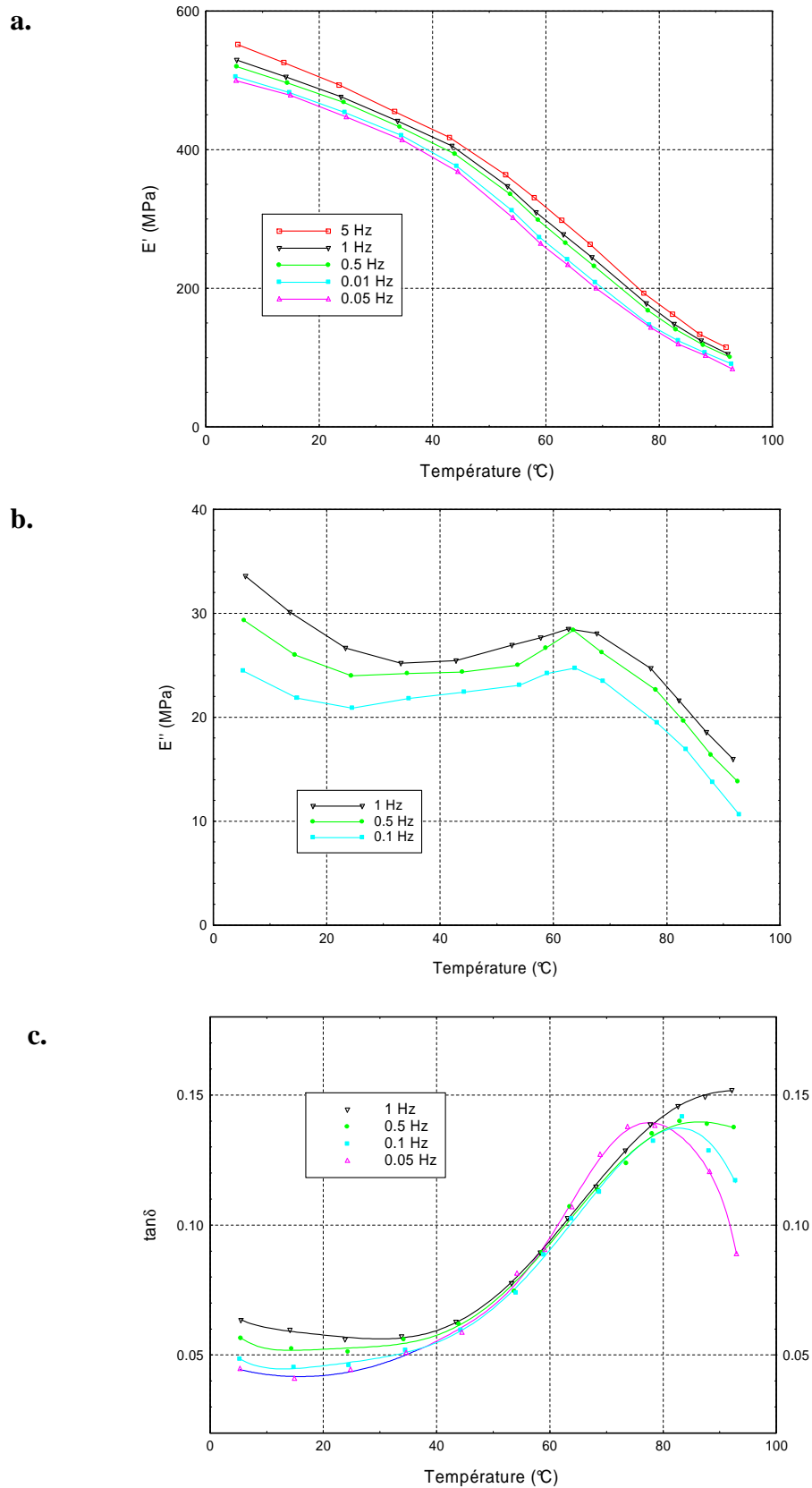
**Figure A.V- 1 : Evolution du module de stockage (a), du module de perte (b) et du facteur de perte(c) en fonction de la température et de la fréquence pour un échantillon de Chêne, dans la direction tangentielle.**



## Annexe VI : Propriétés viscoélastiques du bois de Hêtre

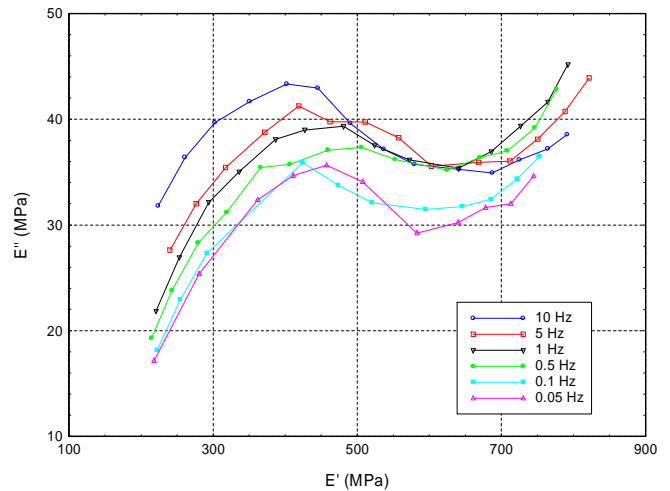
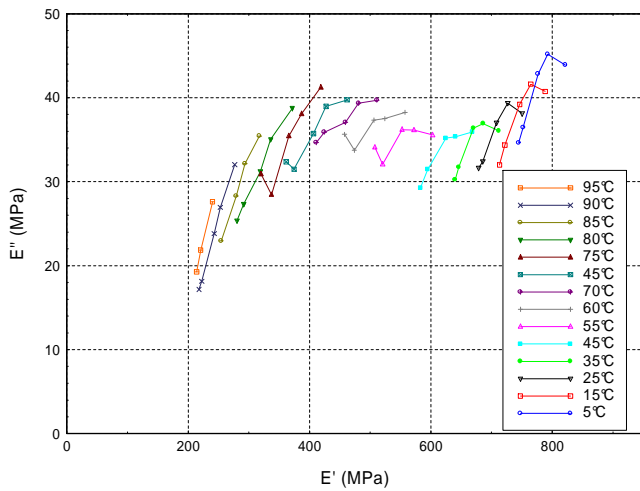


**Figure A.VI- 1 : Evolution du module de stockage (a), du module de perte (b) et du facteur de perte(c) en fonction de la température et de la fréquence pour un échantillon de Hêtre, dans la direction radiale.**

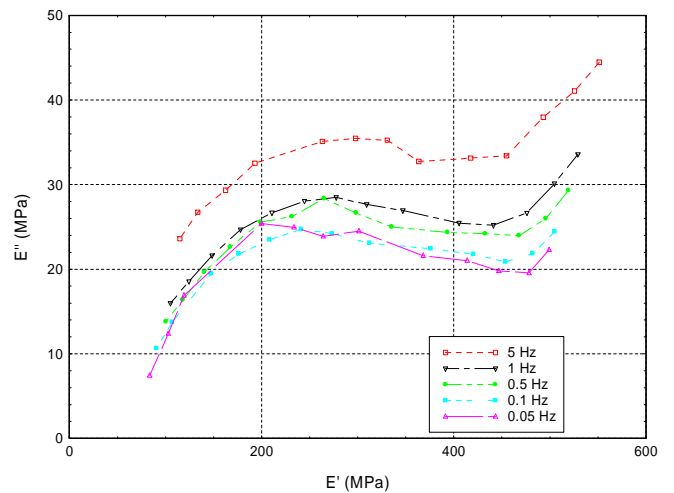
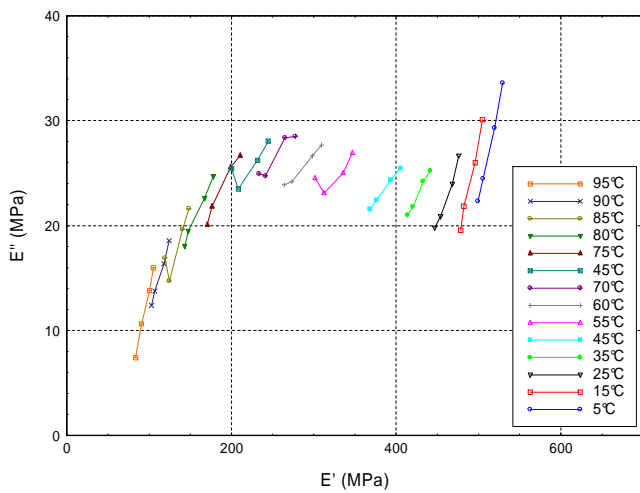


**Figure A.VI- 2 : Evolution du module de stockage (a), du module de perte (b) et du facteur de perte(c) en fonction de la température et de la fréquence pour un échantillon de Hêtre, dans la direction tangentielle**

a.

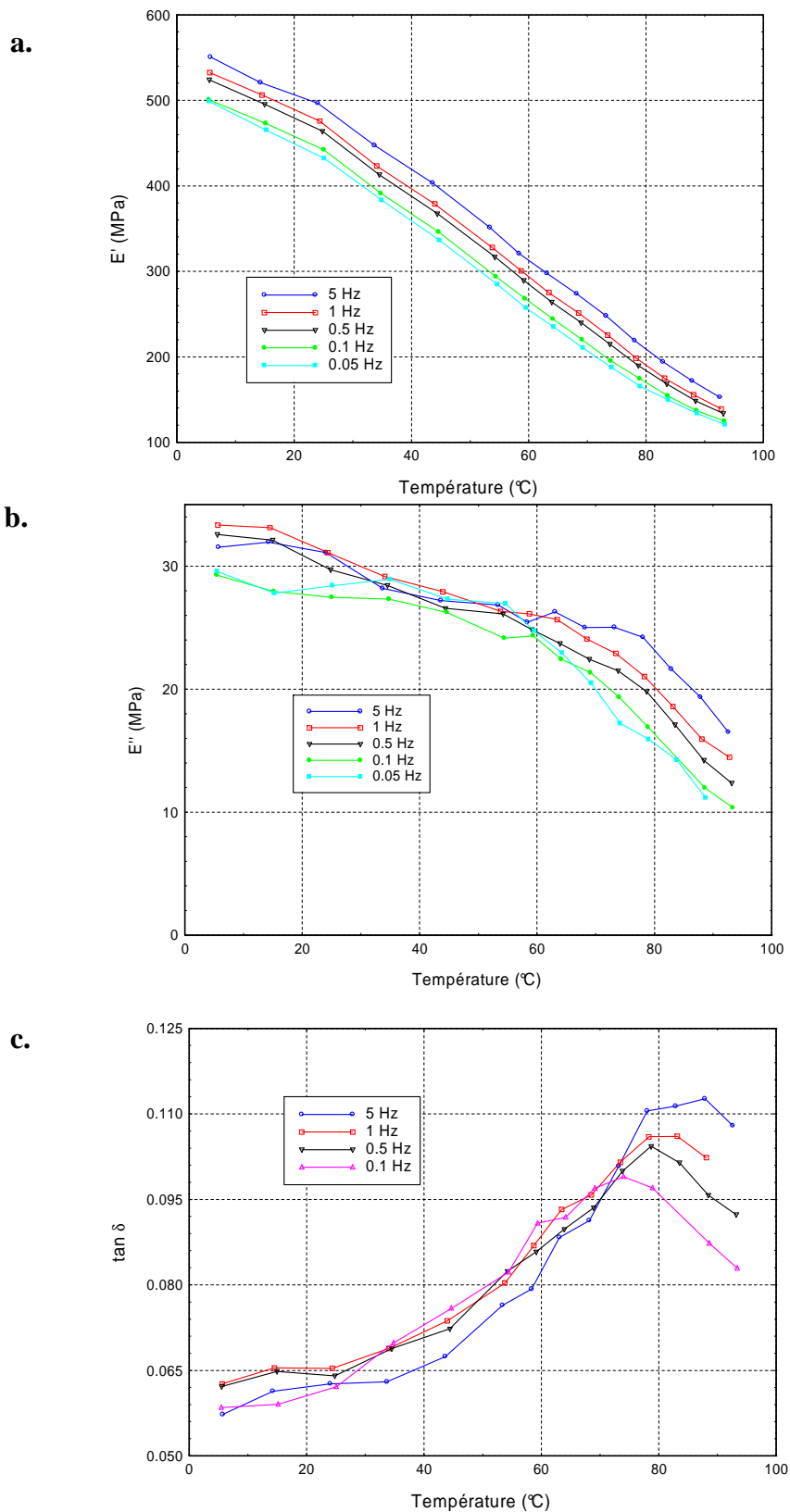


b.

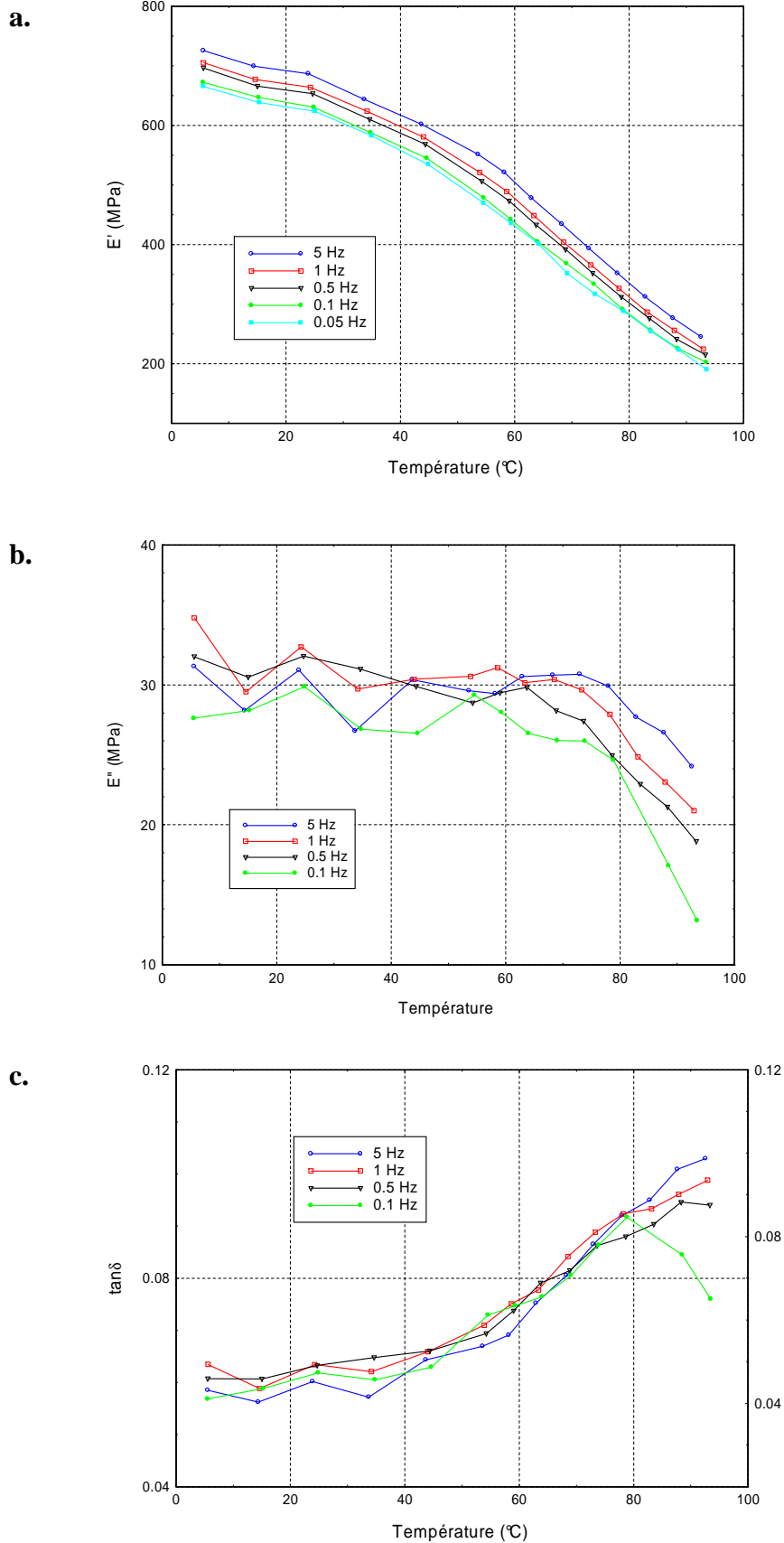


**Figure A.VI- 3 : Représentation des diagrammes Cole-Cole pour le bois de Hêtre sur une plage de 5 à 95°C. a – Mesures en direction radiale pour des fréquences variant entre 5 et 0.01 Hz. b – Mesures en direction tangentielle pour des fréquences variant entre 1 et 0.01 Hz**

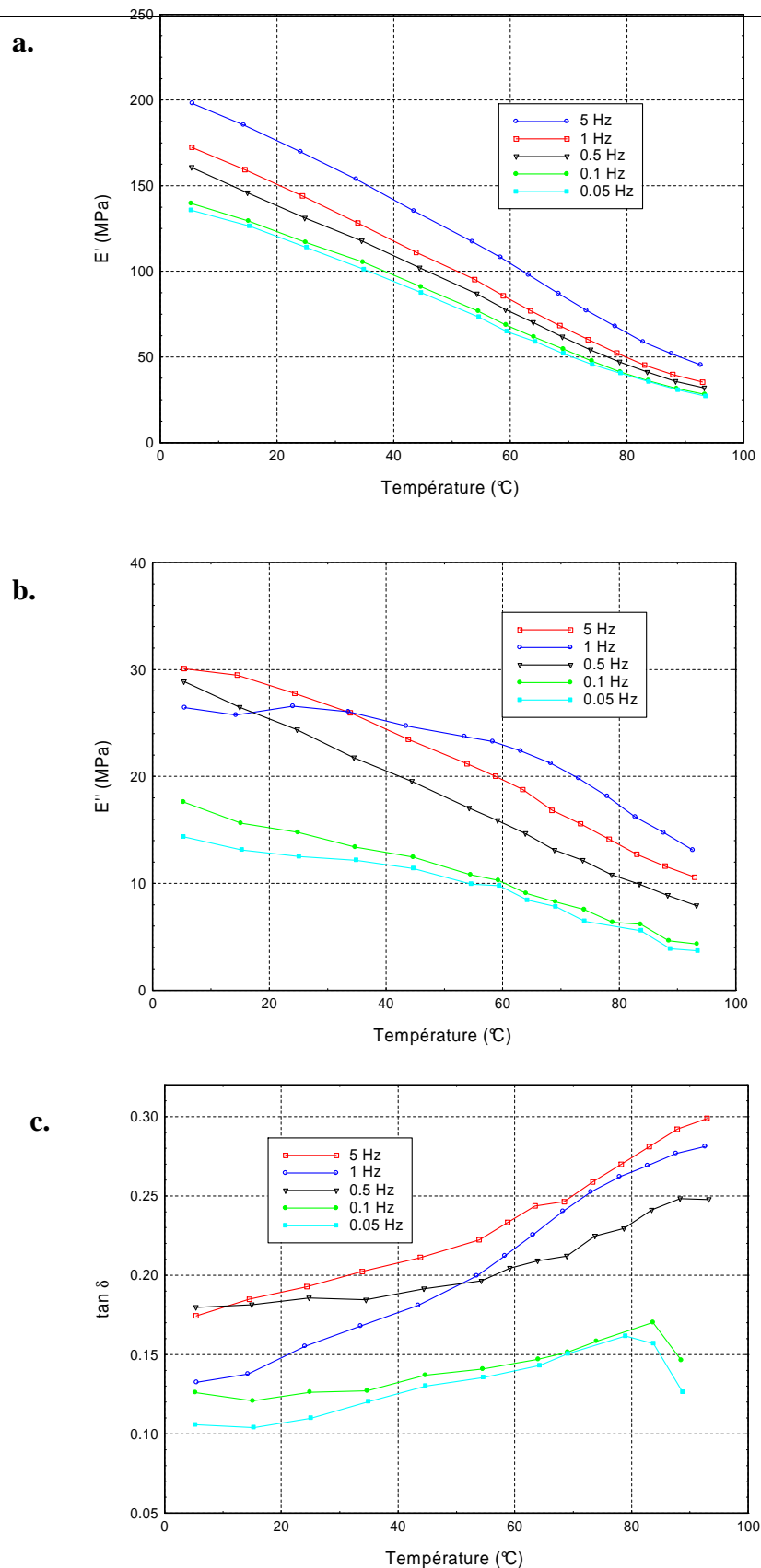
## Annexe VII : Propriétés viscoélastiques du bois de Peuplier



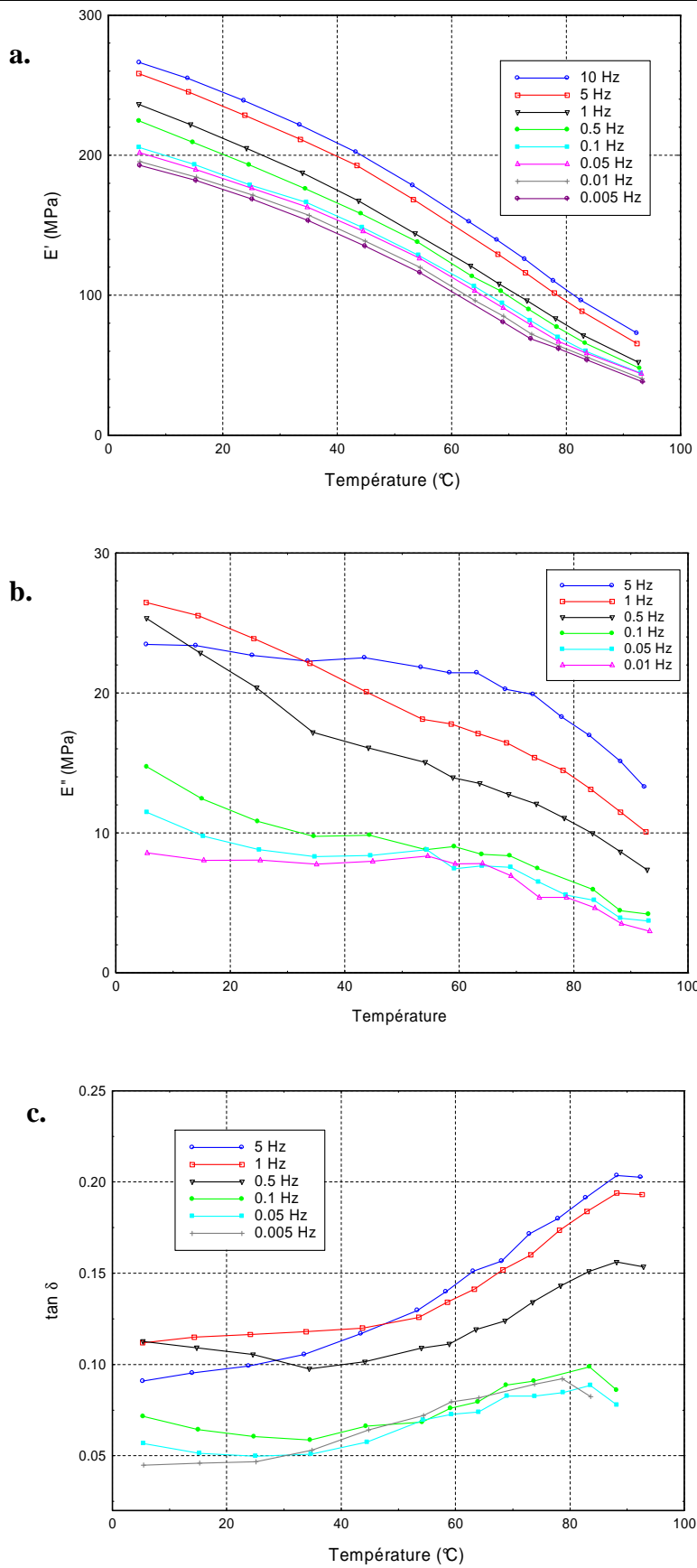
**Figure A.VII- 1 : Evolution du module de stockage (a), du module de perte (b) et du facteur de perte(c) en fonction de la température et de la fréquence pour un échantillon de bois de tension de Peuplier, dans la direction radiale.**



**Figure A.VII- 2 : Evolution du module de stockage (a), du module de perte (b) et du facteur de perte(c) en fonction de la température et de la fréquence pour un échantillon de bois de normal opposé de Peuplier, dans la direction radiale.**



**Figure A.VII- 3 : Evolution du module de stockage (a), du module de perte (b) et du facteur t de perte(c) en fonction de la température et de la fréquence pour un échantillon de bois de tension de Peuplier, dans la direction tangentielle.**



**Figure A.VII- 4 : Evolution du module de stockage (a), du module de perte (b) et du facteur de perte(c) en fonction de la température et de la fréquence pour un échantillon de bois de normal opposé de Peuplier, dans la direction tangentielle.**

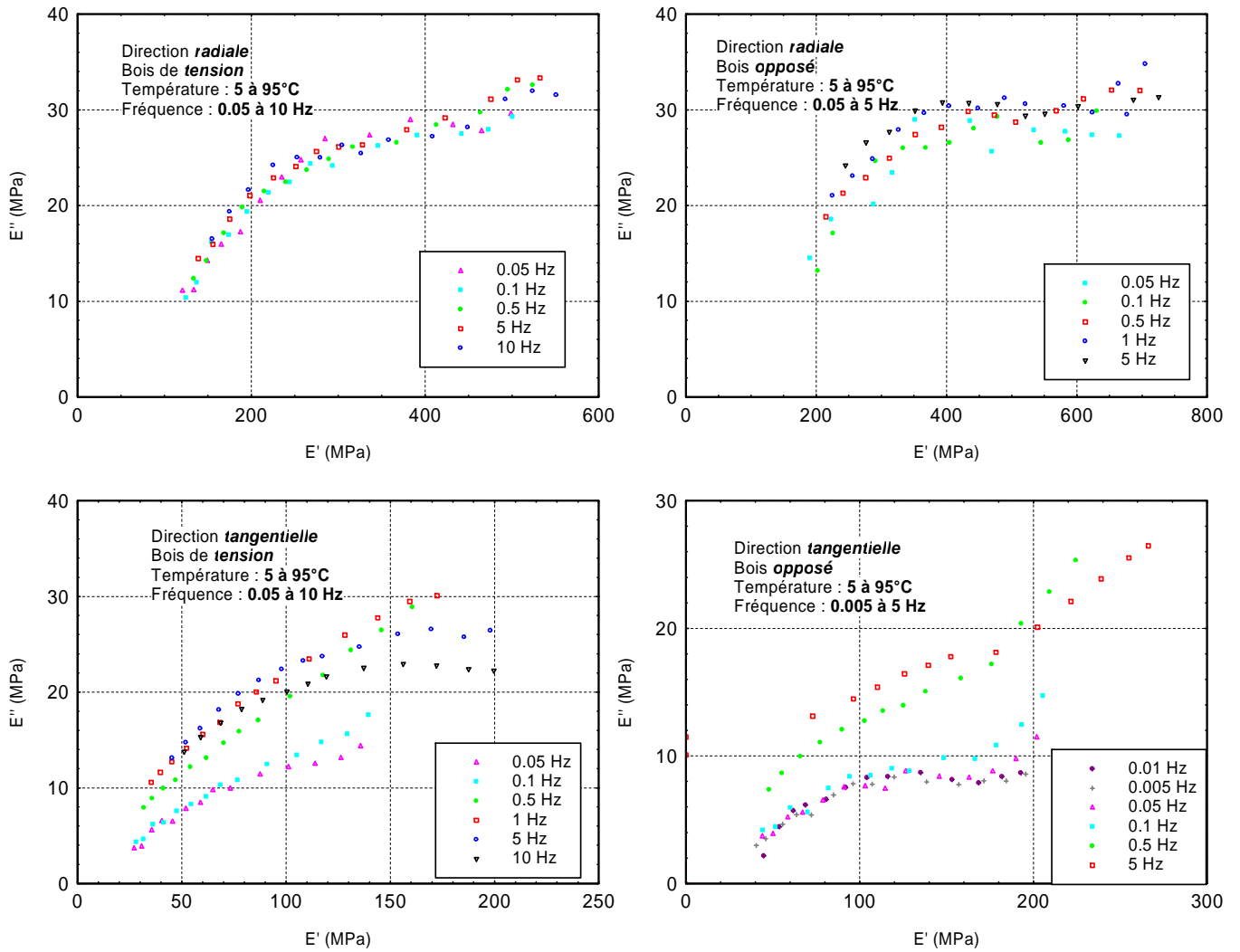
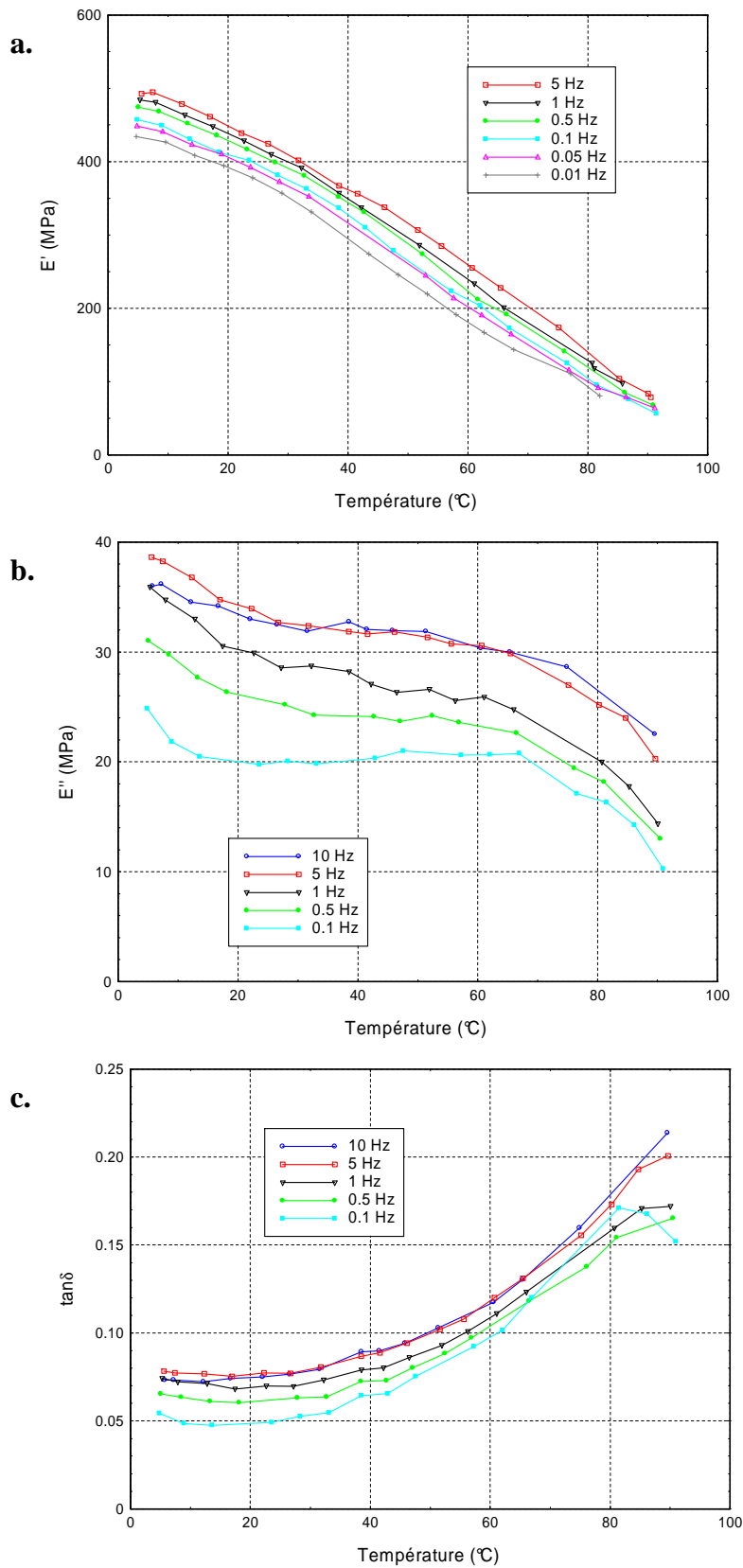


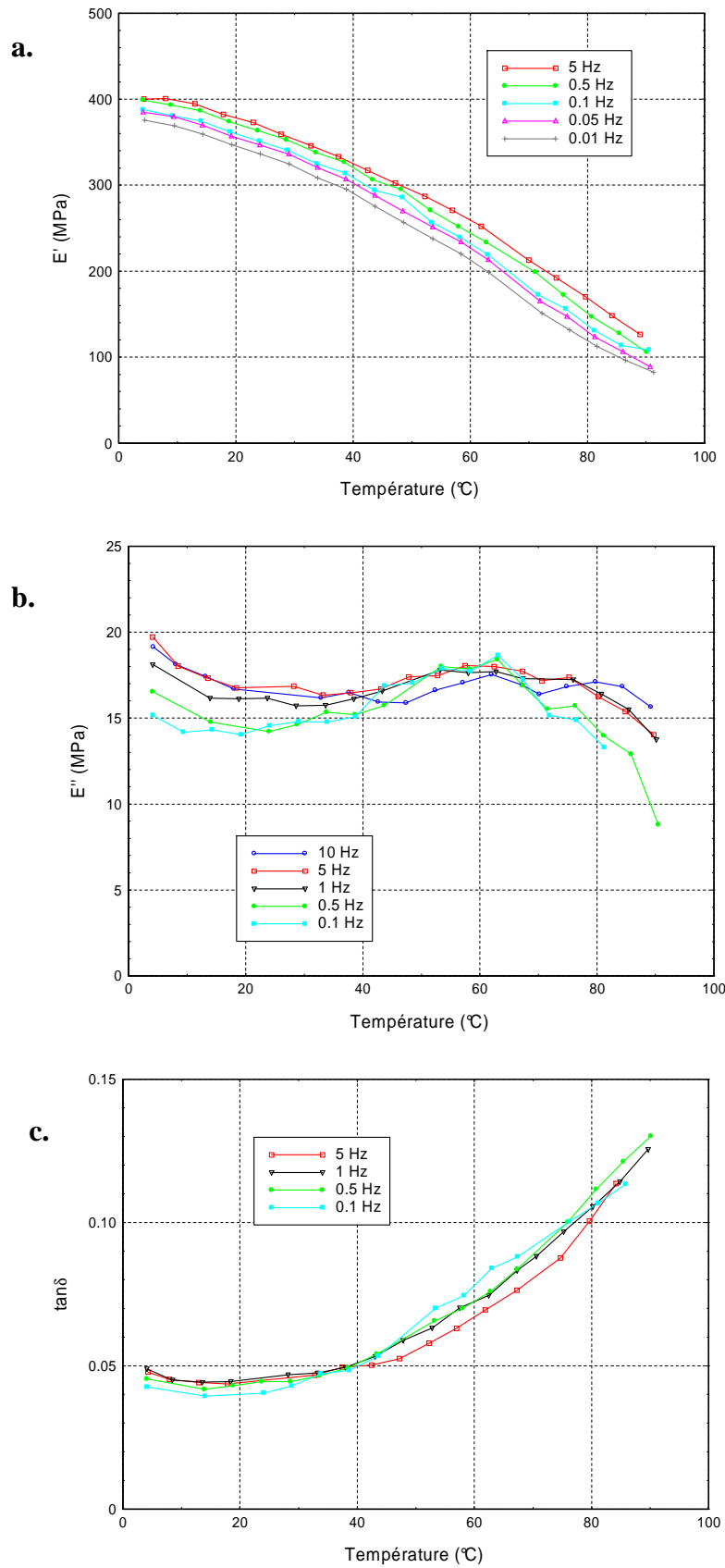
Figure A.VII- 5 : Diagrammes Cole-Cole pour les différents types de bois de Peuplier



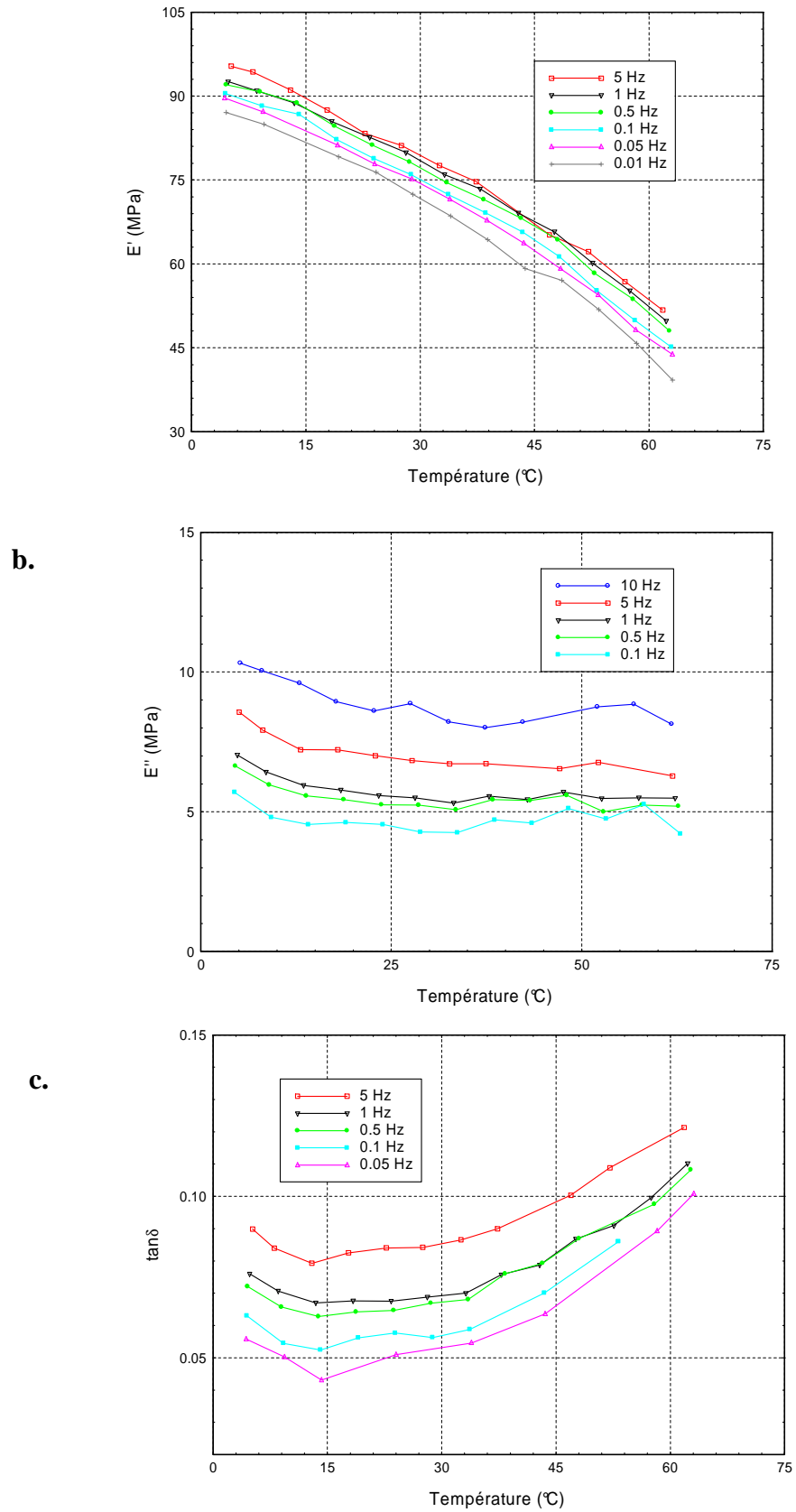
## Annexe VIII : Propriétés viscoélastiques du bois d'Epicéa



**Figure A.VIII- 1 : Evolution du module de stockage (a), du module de perte (b) et du facteur de perte(c) en fonction de la température et de la fréquence pour un échantillon de bois de compression d'Epicéa, dans la direction tangentielle.**



**Figure A.VIII- 2 : Evolution du module de stockage (a), du module de perte (b) et du facteur de perte(c) en fonction de la température et de la fréquence pour un échantillon de bois normal d'Épicéa, dans la direction radiale.**



**Figure A.VIII- 3 : Evolution du module de stockage (a), du module de perte (b) et du facteur de perte(c) en fonction de la température et de la fréquence pour un échantillon de bois normal d’Epicéa, dans la direction tangentielle.**

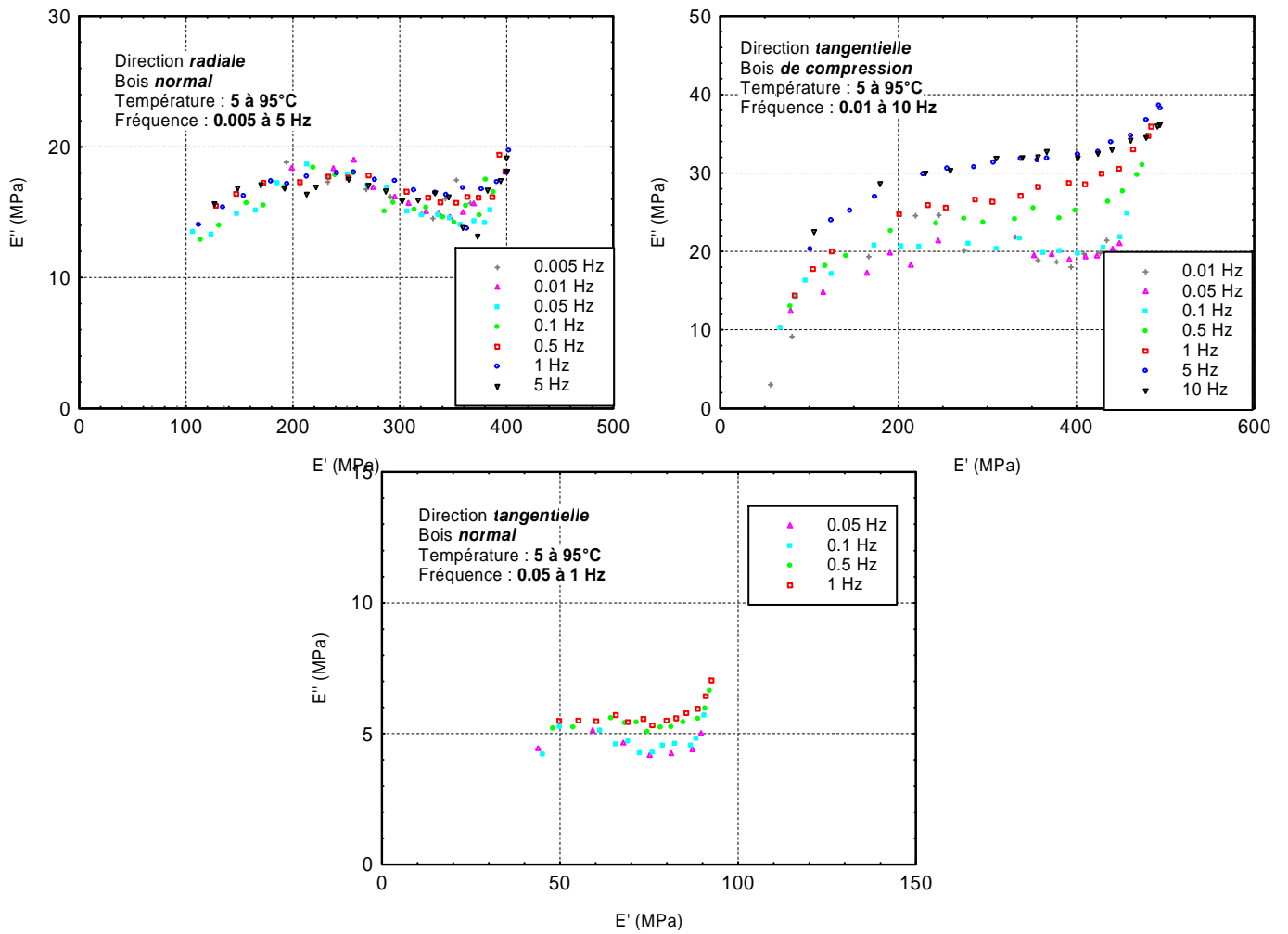


Figure A.VIII- 4 : Diagrammes Cole-cole pour les différents types de bois d'Epicéa

## Annexe IX : Dimensionnement de la chambre climatique

Soit  $\vec{q}_v$  le **flux de vapeur** en  $\text{kg.m}^{-2}.\text{s}^{-1}$ .  $q_v$  peut s'écrire de la manière suivante :

$$\vec{q}_v = \rho_v \vec{v}_v = \rho_v \vec{v}_g + \vec{j}_v \quad (\text{V.1})$$

$X_x$  : avec  $x = a, v, g$ .  $X$  grandeur relative à l'air, à la vapeur d'eau ou au gaz.

$\vec{v}_g$  : vitesse barycentrique massique en  $\text{m.s}^{-1}$

$\vec{v}_v$  : vitesse de la vapeur

$\rho_v$  : masse volumique de la vapeur en  $\text{kg.m}^{-3}$

$\vec{j}_v$  : flux diffusif

Le flux diffusif s'exprime selon Bird (1960) comme suit :

$$\vec{j}_v = -\rho_g D_v \vec{g} \text{grad}\left(\frac{\rho_v}{\rho_g}\right) \quad (\text{V.2})$$

avec  $D_v$  le coefficient de diffusion de la vapeur d'eau dans l'air, exprimé en  $\text{m}^2.\text{s}^{-1}$ , et  $\rho_g$  la masse volumique du gaz.

Soit  $\vec{q}_a$  le **flux d'air total**. De la même manière que pour le flux de vapeur, le flux d'air peut s'écrire de la manière suivante :

$$\vec{q}_a = \rho_a \vec{v}_a = \rho_a \vec{v}_g + \vec{j}_a \quad (\text{V.3})$$

La vitesse massique du gaz  $\vec{v}_g$  est définie comme ci-dessous :

$$\rho_g \vec{v}_g = \rho_a \vec{v}_a + \rho_v \vec{v}_v \quad (\text{V.4})$$

$$\text{soit } \vec{v}_g = \frac{1}{\rho_g} (\rho_a \vec{v}_a + \rho_v \vec{v}_v) \quad (\text{V.5})$$

En écrivant les **équations de conservation** pour la vapeur et pour l'air, on obtient :

- **vapeur**

$$\frac{\partial \rho_v}{\partial t} + \text{div}(\rho_v \vec{v}_v) = 0 \quad (\text{V.6})$$

- **air**

$$\frac{\partial \rho_a}{\partial t} + \text{div}(\rho_a \vec{v}_a) = 0 \quad (\text{V.7})$$

En régime établi, on a :  $\frac{\partial}{\partial t} \rightarrow 0$

En se plaçant dans une dimension (1-D), on obtient les expressions suivantes :

$$\frac{d}{dx}(\rho_v v_v) = 0$$

$$\frac{d}{dx}(\rho_a v_a) = 0$$

On en déduit alors que le flux d'air total est égal à une constante notée A.  $q_a = cste = A$

En reprenant l'écriture du flux de vapeur (V.1), on obtient l'équation suivante :

$$\begin{aligned} \bar{q}_v &= \frac{\rho_v}{\rho_g} (A + \rho_v \bar{v}_v) + \bar{j}_v \\ \bar{q}_v &= \frac{\rho_v}{\rho_g} (A + q_v) - \rho_g D_v \frac{d}{dx} \left( \frac{\rho_v}{\rho_g} \right) \end{aligned} \quad (\text{V.8})$$

En posant  $\omega_v = \frac{\rho_v}{\rho_g}$ , l'équation (V.8) devient :

$$q_v = \frac{\omega_v A - \rho_g D_v \frac{d\omega_v}{dx}}{1 - \omega_v} \quad (\text{V.9})$$

or  $\frac{dq_v}{dx} = 0$

d'où  $\frac{d}{dx} \left( \frac{\omega_v A - \rho_g D_v \frac{d\omega_v}{dx}}{1 - \omega_v} \right) = 0$  (V.10)

En posant  $b = -\rho_g D_v$  et  $F = \omega_v$ , on obtient, une équation du type  $\frac{AF + bF'}{1 - F} = cste = c$ .

Pour  $F \neq 1$ , c'est-à-dire en considérant que nous ne sommes pas en phase de vapeur pure :

$$(A + c)F + bF' = c$$

Il s'agit une équation différentielle du premier ordre à coefficient constant et avec second membre constant. En résolvant l'équation différentielle et en sommant solution générale et solution particulière, on obtient :

$$\omega_v = B \exp\left(\frac{A + c}{\rho_g D_v} x\right) + \frac{c}{A + c} \quad (\text{V.11})$$

avec B une constante d'intégration.

Les conditions aux limites permettent d'identifier les constantes.

en  $x = 0$

$$w_0 = B + \frac{c}{A + c}$$

en  $x = L$

$$w_L = B \exp\left(\frac{A+c}{\rho_g D_v} L\right) + \frac{c}{A+c}$$

On considère que l'air injecté est sec :  $\omega_L = 0$

On obtient un système de 3 équations à 3 inconnues (B, c, x) :

$$\left\{ \begin{array}{l} w_v = B \exp\left(\frac{A+c}{\rho_g D_v} x\right) + \frac{c}{A+c} \end{array} \right. \quad (\text{V.12})$$

$$\left\{ \begin{array}{l} w_0 = B + \frac{c}{A+c} \end{array} \right. \quad (\text{V.13})$$

$$\left\{ \begin{array}{l} w_L = B \exp\left(\frac{A+c}{\rho_g D_v} L\right) + \frac{c}{A+c} \end{array} \right. \quad (\text{V.14})$$

Le système n'est pas résoluble par les méthodes analytiques classiques. Un programme utilisant le solveur excel a été utilisé pour résoudre le système.

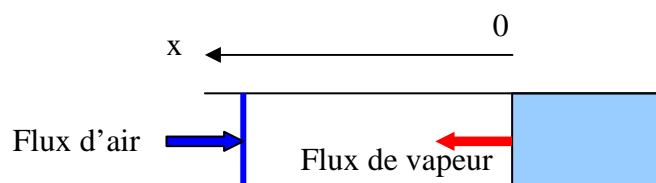
La Figure A.IX- 1 donne un aperçu du programme avec les données d'entrée, les conditions aux limites et la solution du système.

DONNEES			
Constantes	Ma (kg.mol <sup>-1</sup> )	0.029	
	Mv (kg.mol <sup>-1</sup> )	0.018	
	R (J.K <sup>-1</sup> .mol <sup>-1</sup> )	8.314	
	T <sub>L</sub> (K)	313	
	D <sub>v</sub> (m <sup>2</sup> .s <sup>-1</sup> )	2.26E-05	
L	L (m)	0.5	
Eau	T <sub>eau</sub> (K)	413	
	P <sub>vs</sub> (Pa)	361426	
Entrée d'air	P <sub>g</sub> (kg.m-3)	4.330867544	
	débit d'entrée (l.min <sup>-1</sup> )	0.5	
	(kg.s <sup>-1</sup> )	3.60906E-05	
	surface (m <sup>2</sup> )	0.017671459	
	A flux (kg.m <sup>-2</sup> .s <sup>-1</sup> )	-0.002042308	P <sub>tot</sub> (bars)
P	P <sub>tot</sub> (bars)	3.6	3.65E+05
Condit° limites	P <sub>v</sub> (kg.m-3)	1.895	
	P <sub>a</sub> (kg.m-3)	0.027	
	P <sub>g</sub> (kg.m-3)	1.922	
	ω <sub>vo</sub> (kg.m-3)	0.986	
	ω <sub>L</sub> (kg.m-3)	7.77E-11	Solveur
Identificat	B	9.86E-01	
	c	5.93E-08	
	α	-2.09E+01	
T (°C)	T (K)	P <sub>vs</sub> (Pa)	
90	363	70096	
100	373	101325	
110	383	143263	
120	393	198536	
130	403	270132	
140	413	361426	
150	423	476025	

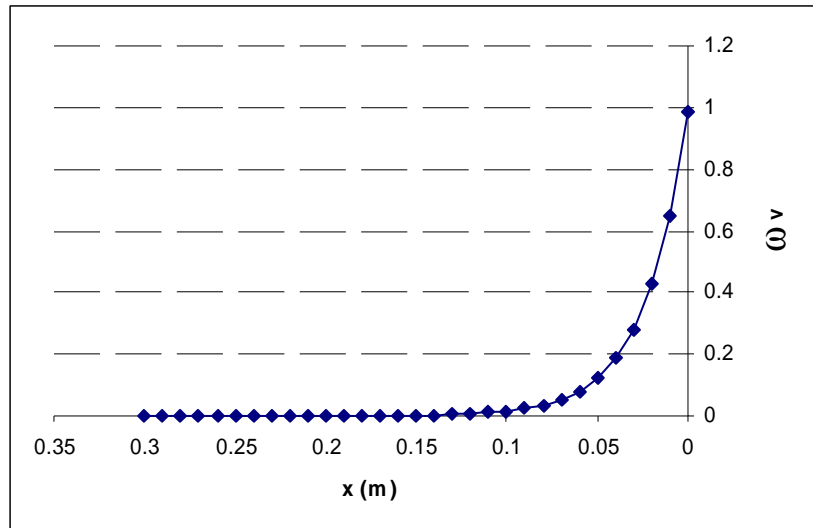
**Figure A.IX- 1 : Extrait du programme développé, données d'entrée et paramètres identifiés.**

Grâce à ce programme, il est possible de déterminer la longueur de l'enceinte et le débit d'air comprimé nécessaires pour repousser le flux d'air chaud et humide. Il est alors possible de suivre l'évolution de la fraction volumique de vapeur  $\omega_v$  et du flux de vapeur  $q_v$  en fonction de la distance à la surface de l'eau ( $x$ ).

Le calcul est fait pour des flux d'air imposés traversant un cylindre de section  $S$  et s'opposant directement (sans ailettes de séparation). De ce point de vue, nous sommes donc dans un cas défavorable, puisque les échanges se font en réalité à travers un petit trou dans les ailettes.

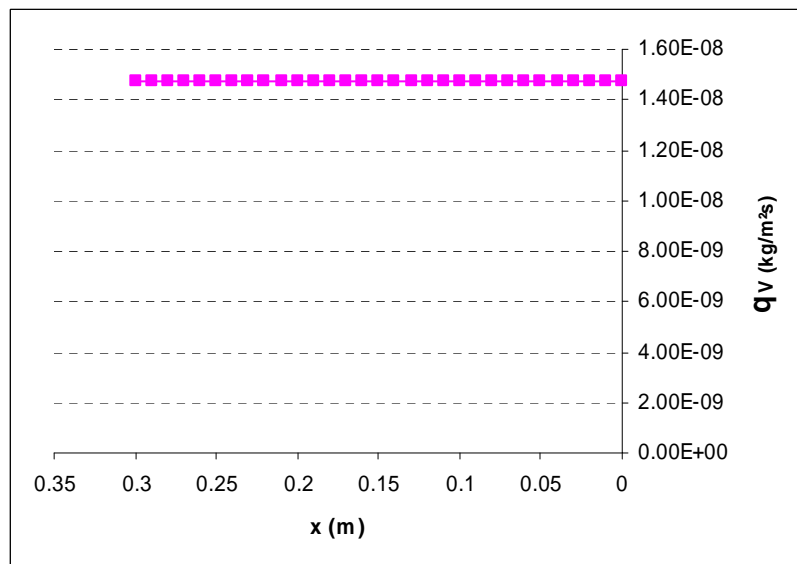






**Figure A.IX- 2 : Evolution de la fraction volumique de vapeur en fonction de la longueur de l'enceinte pour un flux d'air donné**

La Figure A.IX- 2 montre de la fraction de vapeur est négligeable à partir d'une dizaine de centimètres de la surface de l'eau. Dans ces conditions, on vérifie que le flux de vapeur est indépendant de la longueur de l'enceinte et qu'il est négligeable dans ce cas (Figure A.IX- 3).



**Figure A.IX- 3 : Evolution du flux de vapeur en fonction de la longueur de l'enceinte pour un flux d'air donné**

## **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.**

---

### **Résumé :**

D'origine biologique, le bois présente des propriétés fortement variables rendant sa caractérisation parfois complexe. Une meilleure connaissance du comportement rhéologique et en particulier des propriétés viscoélastiques du bois est nécessaire au développement ainsi qu'à l'amélioration des processus de transformation et de fabrication de matériaux à base de bois utilisant ces propriétés.

Ainsi, l'objectif majeur de cette thèse est de caractériser le comportement différé du bois vert dans des conditions thermiques et hydriques contrôlées. Un dispositif expérimental parfaitement adapté aux spécificités du bois, et en particulier à son anisotropie et son hygroscopie, a été développé. Cet appareil, appelé WAVE<sup>T</sup> (Environmental Vibration Analyser for Wood) assure la détermination des propriétés viscoélastiques du bois par des essais harmoniques en flexion simple encastrement pour des fréquences comprises entre  $5 \cdot 10^{-3}$  Hz et 10 Hz. Dimensionné pour fonctionner jusqu'à des pressions de l'ordre de 5 bars, il permet d'effectuer des essais en milieu anhydre ou saturé pour des températures variant de 0°C à 140°C.

Les résultats expérimentaux collectés à l'aide de cet appareil sur diverses essences tempérées permettent de mettre en évidence l'influence de nombreux paramètres sur les propriétés rhéologiques et notamment au niveau de la température de ramollissement, à savoir l'essence, la direction matérielle, le type de bois (normal/réaction), ou encore la structure anatomique et macromoléculaire.

L'étude de la dégradation thermique du bois saturé en eau dévoile des modifications biochimiques importantes au sein de ce biopolymère. Il apparaît clairement que les propriétés de rigidité et d'amortissement du bois traité thermiquement en milieu aqueux évoluent en fonction de la sévérité du traitement et de la structure native des macromolécules constitutives.

**Mots-clés :** Viscoélasticité, analyse mécanique dynamique, bois vert, plan transverse, température de ramollissement, dégradation thermique.

## **Design and development of an innovative experimental device for the characterisation of the viscoelastic behaviour and the thermal degradation of wood in severe conditions.**

---

### **Abstract:**

Because of its biological origin, the wood properties are highly variable and therefore its characterisation is sometimes complex. An improved knowledge of the rheological properties and more particularly of the viscoelastic properties is needed for the development and the optimisation of wood processing and manufacturing based on wooden materials.

The main purpose of this work is to characterise the time-dependent behaviour of green wood in water content and temperature-controlled conditions. An experimental device, perfectly adapted to the wood specificity and particularly to its anisotropy and hygroscopicity, was developed. This apparatus, the WAVE<sup>T</sup> (Environmental Vibration Analyser for Wood), permits the determination of the viscoelastic properties of wood using harmonic tests in single cantilever bending for frequencies varying between  $5 \cdot 10^{-3}$  Hz and 10 Hz. Conceived to work up to about 5 bars, it allows tests in dry or water-saturated conditions to be performed over a temperature range from 0°C to 140°C.

The results collected for several temperate species using the WAVE<sup>T</sup> emphasise the influence of numerous parameters on the rheological properties and notably on the softening temperature, namely specie, material direction, wood type (normal/reaction) and anatomical and macromolecular structure.

The study of the thermal degradation of green wood reveals noticeable modifications in the biochemical composition of this biopolymer. The elastic and damping properties of thermally-treated wood in water-saturated conditions change a lot according to the severity of the treatment and the native structure of the constitutive macromolecules.

**Key words :** Viscoelasticity, dynamic mechanical analysis, green wood, directions across the grain, softening temperature, thermal degradation.