

Actes des 8^e journées scientifiques du GDR 3544 Sciences du Bois

Version provisoire

8^e journées du **GDR** **SCIENCES DU BOIS**



18, 19 et 20 novembre 2019
Campus Bois, Epinal, France

Table des matières

Conférences invitées	7
La conservation et la restauration des bois archéologiques, datant de 2000 ans ou plus	8
L'incendie de Notre Dame de Paris, un drame qu'il faut transformer en un terrain de recherche exceptionnel pour les sciences du bois	9
Nouvelles figures de l'architecture bois numérique	12
Les enjeux de la déconstruction et le réemploi des matériaux de construction	14
La tomographie RX, une technologie ancienne, des exemples récents d'innovations pour la comptabilité du carbone forestier et pour les scieries	15
De l'écosystème industriel papetier vers la bioraffinerie	18
Presentation of innovations and markets that may emerge from a new wood chemistry sector	19
La substitution carbone par les produits bois comme mesure d'atténuation : fronts de sciences et questions en suspens	20
Session poster A – Lundi 18 Novembre	22
A01 : Soudage du bois par frottement : approche tribologique	23
A02 : Equilibre hydrique d'éléments bois de forte section et modélisation des structures mixtes APPLICATION AUX PONTS BOIS/BETON COLLES	27
A03: Determining the local deformation fields of wood-based panels set in moist conditions	31
A04 : Étude de la morphogenèse du bois par mesures corrélatives à l'échelle nanométrique.	35
A05 : Quantification du gonflement du bois de peuplier à l'échelle cellulaire dans des solvants mixtes par corrélation d'images numériques.	40
A06: Wood density of the monumental olive and ancient cedar trees in Lebanon	44
A07 : Master Sciences du Bois : quelle formation pour les futurs chercheurs ?	48

A08: Structure/properties relationships of time-dependent behavior of wood – from understanding mechanisms to determining predictive indicators.....	50
A09 : Approche scientifique des bois précieux à fil non droit choisis en artisanat : description optique et structurale des bois figurés en vue de comprendre leur apparence visuelle.....	53
A10 : Variations du diamètre des vaisseaux du bois initial de <i>Quercus petraea</i> Liebl en fonction des dimensions des arbres et de l'altitude.....	57
A11 : Variations de l'humidité du bois dans les ressources forestières françaises	61
A12 : Evaluation non destructive des propriétés structurales de mur à ossature bois par technique électromagnétique aux fréquences radar	65
A13 : Méthodologie d'évaluation de la santé structurale d'une structure bois du patrimoine : étude de la halle de Villeréal	69
A14 : Application des lois de similitude à la caractérisation à partir de maquettes, du comportement des bâtiments bois multi niveaux	73
A15 : Résultats préliminaires de la dynamique de formation des vaisseaux xylémiens et de la dynamique saisonnière du flux de sève chez trois espèces feuillus tempérées	77
A16 : Microspectroscopie ATR-FTIR : nouvelle méthode de phénotypage à l'échelle de la paroi	79
A17 : Étude préliminaire sur la utilisation de composants présents dans les effluents de l'industrie des panneaux durs pour la collage de contreplaqué	83
A18 : Etude des propriétés technologiques et biochimique de quelques essences ivoiriennes et Malgache.....	87
A19 : Variation radiale et longitudinale de la densité du bois de <i>Ravenala madagascariensis</i> , effet de la variété botanique et de la provenance géographique ...	89
A20 : Variabilité des propriétés chimiques (extractibles et phénols totaux) de quelques espèces de bois précieux de Madagascar (<i>Dalbergia</i> spp. et <i>Diospyros</i> spp.)	92
Session poster B – Mardi 19 Novembre	96
B01 : Le tanin comme précurseur de carbones mésoporeux dopés à l'azote pour le stockage d'énergie	97
B02 : Etude d'un procédé de stabilisation du bois : acide citrique/glycérol	101
B03 : Etude d'un procédé de polymérisation in situ de monomères biosourcés dans le bois de hêtre en vue d'améliorer ses performances	105

B04 : Biocatalyseurs microbiens pour la détoxification de bois traités (BioMic). Mise au point du dispositif expérimental de suivi de détoxification de bois de pin traité au Tanalith E3474.....	109
B05 : Etude des transferts d'humidité et de chaleur dans une paroi à colombages	114
B06 : Caractérisation multiéchelle du bois de peuplier exposé à la vapeur	117
B07 : Etude de la valorisation des branches en agroforesterie pour les	121
filières matériaux et chimie biosourcées.....	121
B08 : Influence de la pollution sur les propriétés du bois d' <i>Avicennia germinans</i>	125
B09 : Transferts d'humidité en régime non-isotherme dans le CLT : mesures par tomographie X 3D et modélisation numérique	129
B10 : Étude de la transition thermique des traitements de torréfaction - pyrolyse	133
B11: Combining FTIR spectroscopy to multivariate analyses to characterize a lignin biosynthesis gene on transgenic Eucalyptus roots	137
B12: Properties of plant fibres and bio-based assemblies at the nanoscale	142
B13 : Le bois observé par un laser.....	145
B14 : Propriétés mécaniques en flexion de LVL de gros douglas	149
B15 : Étude de l'influence des nœuds sur les propriétés mécaniques de poutres de LVL de douglas.....	153
B16 : Mesure de l'humidité de placages verts de hêtre par laser	157
B17 : Laboratoire mixte BOurgogne PLacage Innovation (BOPLI) : Étude de l'anatomie des cernes blancs du hêtre	160
B18 : Élaboration et Expérimentation d'un Espace de Conception Innovante pour les Industries de la Filière Bois	164
B19 : Mesure du fluage en cisaillement roulant dans la flèche des panneaux CLT	167
B20 : Les architectes et la place de la conception architecturale dans la structuration de la filière bois-construction en France	169
Session poster C – Mardi 19 Novembre	172
C01 : Efficacité de trois fractions de résine d' <i>Aucoumea Klaineana</i> Pierre du Gabon associées au Tébuconazole sur la préservation du bois	173

C02 : Durabilité naturelle, Composition chimique et Analyse GC/MS des composés extractibles du bois de coeur du noisetier du Gabon : <i>Coula edulis</i> baill.	177
C03 : Etude de l'influence de la composition de l'atmosphère sur le traitement thermique du bois de hêtre en four pilote	181
C04 : Synthèse de nouveaux dérivés lipophiles ou amphiphiles de composés phénoliques xylo-sourcés par hémisynthèse et biocatalyse	185
C05: Mechanical performance for LVL induced by HVEF treatment	189
C06 : Composition chimique et structure moléculaire des hémicelluloses d' <i>Aucoumea Klaineana</i> Pierre : valorisation des rejets d'aubier et de du coeur de déroulage par explosion de vapeur.	192
C07 : Une nouvelle voie de valorisation des hémicelluloses du hêtre – synthèse de tensio-actifs et gélifiants à base de xylose –	195
C08 : Conception de nouveaux gélifiants biosourcés de faible poids moléculaires dérivés de polyols en C6 issus du bois.....	197
C09 : Packaging 4D Xylosourcé pour la Cosmétique	199
C10 : Pour une valorisation optimisée de la biomasse forestière tenant compte de la variabilité de la masse volumique du bois dans l'arbre : cas du sapin pectiné.....	203
C11 : Une contribution pour l'approvisionnement de la chimie du bois en extractibles et exsudats forestiers et pour une transition vers la bioéconomie dans l'Est de la France : les projets ExtraFor_Est et Gemm_Est.....	207
C12 : Présentation du projet ANR WoodSeer : Prédiction des défauts internes des grumes à partir des caractéristiques corticales	210
C13 : Détection automatique de la moelle sur des images d'extrémités de grumes de Douglas brutes de sciage	213
C14 : Quel rôle a le vent dans la réponse de croissance suite à une éclaircie dans un peuplement de Hêtres ?	217
C15 : Patrons des variations radiales de la densité des cernes et transition bois juvénile bois mature	220
C16 : Etude et Modélisation des volumes des écorces	224
C17 : Valorisation des ressources forestières régionales pour la production de moules de cuisson en bois déroulé	228
Session poster D – Mercredi 20 Novembre	231

D01 : Approche prospectiviste dans la conception de filière alternative : Application au cas de la lignine	232
D02 : Sorption et diffusion d'humidité de 5 essences de bois d'Afrique Centrale	236
D03 : Modification de la couleur du bois de Pin Maritime par traitement à l'ozone ...	240
D04: Impact du dosage de sciure sur la résistance à la compression d'une brique adobe d'origine gabonaise	243
D05: Résistance en traction et en cisaillement des joints de colle des bois massif reconstitué en feuillus tropicaux	246
D06 : Comportement viscoélastique et mécanosorptif de l'Okoumé, du Padouk et du Sapin blanc : étude préliminaire	250
D07 : Comportement mécanique d'éléments de structures en bois de sapin pectiné en vue d'applications constructives.....	254
D08 : Protections passives au feu des structures métalliques par le bois	258
D09 : Comportement mécanique d'une poutre entaillée en flexion 4 points : comparaison numérique et expérimentale	262
D10 : Biomécanique des tiges soumises à des stress mécaniques contrôlés et environnementaux : application à l'hévéa	266
D11: Comportement mécanique des branches lors de températures extrêmes (positives ou négatives) et conséquences sur le risque de casse	269
D12: Pourquoi les branches des arbres cassent-elles parfois sans raison apparente ? Le cas des charpentières plagiotropes.....	273
D13: Evaluation de la qualité de collage des panneaux de contreplaqués collés avec des adhésifs biosourcés.	276
D14: Effet des catalyseurs et de la température de durcissement sur les propriétés des mousses phénoliques biosourcées	280
D15: Etude de la qualité de la résine de pin maritime (<i>Pinus pinaster</i>) par Spectroscopie Proche InfraRouge et méthodes chimiométriques.....	282
D17: Caractérisation de tubes bois/composites pour des applications de crash-box..	286
D18: Evaluation de la santé structurale des structures en bois lamellé-collé : détermination d'un modèle pour le suivi de l'humidité	291
Session participants distants (non présents pour raison financière)	293

E01 : Contribution à l'étude des propriétés mécaniques du bambou de <i>Raphia vinifera</i> <i>I. arecacea</i>	294
E02 : Contribution à l'étude des propriétés mécaniques de <i>Pericopsis elata</i> par classe de diamètre.....	296
E03 : Biosorption des résidus agroforestiers de <i>Lophira lanceolata</i>	300
E04 : Rupture en Mode Mixte du Lova Trichilioides (Bibolo) par la Méthode M-Thêta en Flexion.....	304
E06 : Effet d'échelle et résistance mécanique des bois d'œuvre du Bassin du Congo : Cas de l'Okan.....	312

Conférences invitées

La conservation et la restauration des bois archéologiques, datant de 2000 ans ou plus

FROMENT Karine¹,

¹ARC-Nucléart
karine.froment@cea.fr

Résumé

La conservation des bois archéologiques est un challenge à relever pour leur permettre d'être manipulés, étudiés puis exposés. Le Groupement ARC-Nucléart a parmi ses missions, celle de conserver et restaurer ces objets très dégradés, que l'on ne retrouve que grâce à leur enfouissement dans les sédiments pendant des centaines ou des milliers d'années. Après avoir expliqué l'origine de la dégradation du bois, deux procédés de stabilisation seront présentés (dont le traitement historique développé par l'atelier), illustrés par quelques exemples, dont celui du chaland romain Arles-Rhône 3, jusqu'à l'étape finale de sa restauration et de son exposition.

L'incendie de Notre Dame de Paris, un drame qu'il faut transformer en un terrain de recherche exceptionnel pour les sciences du bois

THIBAUT Bernard

CNRS – LMGC, Montpellier
bernard.thibaut@umontpellier.fr

Mots clés : Notre Dame de Paris ; chêne ; climat ; vieillissement ; bois de brin ; dendrochronologie ; archéologie ; mécanique

Introduction

L'incendie de Notre Dame de Paris a détruit et mis en lumière une des plus belles charpentes en chêne du Moyen-Age.

Pour les chercheurs en sciences du bois, quelles questions posent cette charpente et quelle contribution à la connaissance du bois permettent les restes des 1300 poutres de chêne plus ou moins impactées par le feu ?

Tirer des leçons à partir des reliques de la charpente incendiée

Les restes de la charpente constituent un trésor de pièces intactes et de pièces carbonisées seulement en périphérie, issues de chênes remontant parfois à un millénaire. Toutes ont eu un fonctionnement de structure pendant des siècles et certaines parties saines ont subi de fortes températures dues à la combustion périphérique. Par ailleurs, la charpente avait fait l'objet d'une description 3D détaillée par les architectes en 2015 et il y a de nombreuses photos. Cela permet de réaliser des recherches sur l'histoire des techniques, des forêts et du climat il y a mille ans, mais aussi sur l'histoire du bois mis en place dans la charpente.

Étude archéologique, historique et architecturale de la charpente et des bois de Notre-Dame

A partir des relevés d'architectes, des analyses en dendrochronologie sur pièces et des archives disponibles, l'objectif est de parvenir à une description de la construction de la charpente tant dans les choix de bois en forêt que dans l'étude des gestes techniques (méthodes de levage par exemple) des charpentiers.

Provenance des bois, chronologie et dynamique de croissance des forêts passées

A partir des analyses en dendrochronologie des tiges (des portions résiduelles d'une même tige), l'objectif est de comprendre les techniques forestières de l'époque : chronologies et dates d'abattage, sylviculture et croissance des arbres en forêt, provenance géographique des bois en couplant les outils de la dendrochronologie et de la dendrochimie.

Reconstitution du climat dans la période de l'optimum climatique médiéval

Une période de climat inhabituellement chaud a régné sur la France entre le 10^{ième} et le 13^{ième} siècles, période correspondant à la croissance des chênes utilisés dans la charpente de Notre Dame de Paris. L'utilisation des isotopes du carbone et de l'oxygène sur des séries radiales doit permettre d'étudier le climat pendant cette période similaire à la nôtre.

Calibration des effets de la carbonisation

Une analyse couplée en microscopie électronique à transmission – haute résolution et en microspectrométrie Raman des charbons de bois permet d'estimer les températures de carbonisation atteintes dans l'incendie. On pourrait obtenir un calibrage pour le chêne puis déduire les températures maximales supportées dans les zones carbonisées des poutres.

Le vieillissement du chêne

Les matériaux évoluent pendant la durée de leur usage, c'est le vieillissement mécanique (évolutions des microfissures en fatigue mécanique), physique (évolutions des polymères sous l'effet de la température) ou chimique (oxydations et migrations d'additifs au cours du temps)

Pour les matériaux du patrimoine et des temps très longs (plusieurs siècles) il faut comparer des objets âgés et récents « identiques ». Dans le cas du bois la singularité de chaque pièce est une contrainte majeure. Elle nécessite des approches probabilistes avec des grands nombres d'objets à différents temps de référence. Les pièces récupérées après incendie doivent permettre la constitution de lots significatifs de pièces non carbonisées et carbonisées en périphérie à comparer à des chênes actuels similaires.

Comprendre les innovations des charpentiers du Moyen-Age

Les charpentiers sélectionnaient des arbres jeunes (moins de 100 ans), élancés et de petit diamètre (25 cm). Les poutres étaient mises en place dans la charpente rapidement après l'abattage qui se faisait en hiver et n'étaient donc pas séchées. Les troncs entiers étaient juste équarris à la hache pour garder la résistance de l'arbre.

Ces innovations ont été reproduites dans la plupart des cathédrales de l'époque et l'expérience (8 siècles de fonctionnement sous charge) a validé ce système dont il est imaginable de s'inspirer pour valoriser une partie des chênes actuels.

Propriétés des brins de chêne équarris

Le bois de droit fil (clear wood) traduit le comportement mécanique du tronc d'arbre en périphérie. Les bois rond (poteaux) sont proches du bois sans défaut pour les résineux (poteaux) mais la résistance à la rupture en flexion des planches est beaucoup plus faible que pour le bois sans défaut, notamment dans le cas du chêne. Un sciage rectiligne ne peut pas respecter pas le fil du bois contrairement à la technique particulière de l'équarri à la hache proche d'une technique de fendage.

Pour clarifier ce point il faudrait sélectionner des lots appariés de tiges de chêne dans les géométries NDP, mesurer leurs paramètres morphologiques, prélever des éprouvettes standard d'essais de flexion en bois de droit fil sur toutes tiges pour mesurer la rigidité et la résistance à la rupture en flexion.

Un lot restera sous forme de bois rond, un lot sera équarri à la hache et le dernier sera équarri au canter. Tous les lots seront testés en flexion jusqu'à la rupture avec mesure de la nouvelle rigidité et de la résistance à la rupture.

Conséquence mécanique de l'utilisation de bois vert en charpente monumentale

Pour les pièces de chêne posées à l'état vert, il y aura pendant plusieurs années un couplage entre un chargement mécanique permanent et une évolution forte de l'humidité du bois (séchage). Cela va se traduire par des évolutions de poids propre, de géométrie (section et inertie des poutres) de propriétés mécaniques (rigidité et résistance) et par un risque de fluage aggravé (effet mécanosorptif).

Une approche historique doit permettre d'estimer sur les charpentes anciennes les flèches actuelles des poutres à relier au chargement afin d'obtenir une base de données utiles.

Un suivi en continu des déformations et de l'humidité pendant le séchage sous charge sur un lot significatif de poutres et de barreaux de bois de droit fil instrumentés, en partant de l'état vert doit permettre d'alimenter une base de données expérimentales sur les paramètres nécessaires au calcul et à la modélisation.

Modélisation mécanique de la charpente de Notre Dame de Paris

Nous pouvons disposer d'une description 3D de la cathédrale et de la charpente avec une bonne précision. Elle peut être complétée par des photographies et des observations localisées. Cela peut servir de base à une modélisation numérique de la rigidité et de la résistance de cette charpente afin de comprendre sa tenue exceptionnelle et tester les choix constructifs.

La démarche pourrait être de construire un maillage 3D de la charpente, définir des jeux de chargements de cette charpente, choisir des propriétés mécaniques des poutres en chêne, choisir des comportements d'assemblage possibles et faire des simulations en variant les entrées.

Il faudrait tester la sensibilité de la réponse mécanique aux paramètres d'entrée (géométrie, propriétés des chênes, choix des assemblages) et examiner les facteurs de sécurité par rapport aux charges maximales.

Nouvelles figures de l'architecture bois numérique

BIGNON Jean-Claude¹

¹ CRAI (UMR MAP), ENS Architecture Nancy
jcbignon@crai.archi.fr

Mots clefs : architecture; construction; bois; numérique

Résumé

La propagation du numérique questionne aujourd'hui le monde de l'architecture, de l'ingénierie et de la construction. Le développement d'une ingénierie du bois appuyée sur une connaissance approfondie du matériau a permis les nécessaires modélisations sur lesquelles se fondent les outils logiciels et les automates de fabrication. Par ailleurs, les qualités de façonnage, d'assemblage, de montage et de démontage du bois ont facilité son insertion dans une économie de la production numérisée. L'octet devient un nouveau compagnon du bois en offrant à ce dernier la possibilité de s'immiscer dans un continuum des données qui va de la conception intégrée jusqu'à la fabrication robotisée.

Dans le cadre de la présente réflexion, notre propos se limitera à une question : comment le développement du numérique dans les outils de conception architecturale (modeleurs géométriques, simulateurs divers...) et dans les outils de fabrication (automatique, robotique...) contribue aujourd'hui à l'émergence ou au renouveau du vocabulaire architectural.

On observera plus particulièrement six figures de l'architecture « bois-numérique » (les parois cellulaires, les coques en résille, les grilles en lamelles, l'empilement paramétrique, la stratification dense, les enveloppes plissées). Elles témoignent des transformations de la construction et de ses potentialités expressives pour l'architecture contemporaine. En se focalisant sur leur dimension structurale, ces figures viennent illustrer ce que l'on nomme aussi « nouveau structuralisme ».

Loin de rester dans un registre purement esthétisant ces nouveaux vocabulaires, et les grammaires qui les accompagnent, expriment une conception renouvelée de la forme et de ses géométries, de la relation entre structure et enveloppe, du rapport aux matériaux, à la stabilité et la portée, des composants et de leurs assemblages, de la fabrication et de la mise en œuvre.

Au-delà de leurs particularités, ces six figures présentent plusieurs caractéristiques qui sont révélatrices des mutations lentes, mais profondes des processus traditionnels d'édification.

— Elles remettent en cause le séquençage traditionnel de la conception « forme, structure, matériau » au profit d'une conception intégrée où la structure, le matériau et la forme inter-échantent leurs exigences. L'architecte, l'ingénieur, mais aussi le mathématicien, l'informaticien et le mécanicien se retrouvent pour composer et jouer une partition commune.

— Elles bouleversent les rapports de subordination des composants habituels des structures (poteaux, poutres, fermes, pannes, chevrons...) au profit d'un ensemble d'éléments non hiérarchisés. La structure devient systémique. Chaque composant unitaire tend à jouer un rôle identique à celui de tous les autres. La distribution des efforts se trouve « démocratisée » et répartie entre une multitude d'éléments solidaires.

— Elles abandonnent l'idée de massivité à laquelle on attachait traditionnellement la solidité en privilégiant une répétition dense de composants de faible section, voire de moindre qualité,

permettant même de valoriser des ressources délaissées et d'économiser la matière. La logique des fourmis bouscule celle de l'éléphant.

— Elles substituent aux produits standardisés des composants unitaires dont les dimensions ou les formes sont souvent très différentes. Et si les assemblages restent souvent simples dans leurs principes (vis, boulons...), ils connaissent un grand nombre de variations dans leurs positions. À l'identique reproductible, elles opposent l'unique industrialisé.

— Elles remplacent la forme de l'édifice composé par assemblage de volumes dédiés par une forme continue, mais hautement variable des structures et des enveloppes. C'est la logique morphologique du poisson qui favorise une perception globale plutôt que celle du homard qui demande une perception analytique.

— Elles valorisent la structure du bâtiment dans sa dimension poétique. En déplaçant la question ornementale de l'enveloppe à la structure, elles redonnent à cette dernière tout son pouvoir de communication en la débarrassant des scories de la décoration, des affiquets et autres enjolivements.

— Enfin, elles sont rendues concevables grâce aux outils de modélisation paramétriques, représentables grâce aux modeleurs géométriques avancés, calculable par des méthodes et des modèles mécaniques adaptés et fabricables grâce aux machines à commandes numériques.

Les enjeux de la déconstruction et le réemploi des matériaux de construction

DUCHANOIS Gilles¹

¹ CRAI (UMR MAP), ENS Architecture Nancy
jcbignon@crai.archi.fr

La tomographie RX, une technologie ancienne, des exemples récents d'innovations pour la comptabilité du carbone forestier et pour les scieries

Leban Jean-Michel¹, Longuetaud Fleur², Mothe Frédéric², Jacquin Philippe²

¹INRA-BEF

²INRA SILVA

jean-michel.leban@inra.fr

Mots clefs : tomodensitométrie, microdensitométrie, bois, classement, traitement d'images

Le matériau bois provient des arbres qui sont des plantes ligneuses complexes avec une morphologie et une structure interne marquées par une forte hétérogénéité qui est structurée par l'origine génétique des arbres mais également par leurs conditions de croissance dont la gestion et les facteurs de l'environnement dont le climat.

Décrire et quantifier cette hétérogénéité est particulièrement important pour en comprendre les sources de variation et ainsi en déduire comment la gestion forestière peut moduler cette hétérogénéité. Décrire et quantifier cette hétérogénéité est également nécessaire pour contrôler et piloter les processus des industries des première et seconde transformations qui doivent produire des volumes de produits ayant des propriétés homogènes.

La tomodensitométrie est une technologie bien appropriée pour caractériser les hétérogénéités du bois aux échelles allant du cerne annuel (y compris les éléments anatomiques) jusqu'à l'échelle du tronc.

Dans cette présentation nous allons passer en revue l'historique des applications de cette technologie : il s'agit de (i) la mesure des variations de la densité du bois (ii) la quantification de son humidité (iii) la localisation et la mesure des caractéristiques internes des troncs - la moelle, l'écorce, l'aubier, le bois de cœur, les nœuds, les poches de résines, les bois de réaction, les cernes annuels - et (iv) la mesure des caractéristiques tridimensionnelles des éléments anatomiques du bois. Nous discuterons de la résolution des images RX et des algorithmes de traitement de ces images qui ensemble déterminent la faisabilité, l'intérêt et les limites des applications.

Enfin, nous présenterons deux exemples d'innovation d'utilisation d'images tomographiques à rayons X dans les domaines de la recherche et de l'industrie. Le premier cas porte sur une innovation de rupture qui permet la mesure à haut débit de densité du bois (et aussi des retraits et de l'humidité) sur des carottes de sondage dans la perspective de réévaluer les stocks de carbone des forêts françaises. Le second exemple porte sur l'utilisation en scierie de scanners tomographiques à rayons X (classement des billons, optimisation des débits) et de machines de classement basées sur le traitement d'images radiographiques.

Pour conclure nous discuterons des perspectives d'évolution de cette technologie ancienne qui a trouvé récemment des applications industrielles prometteuses.

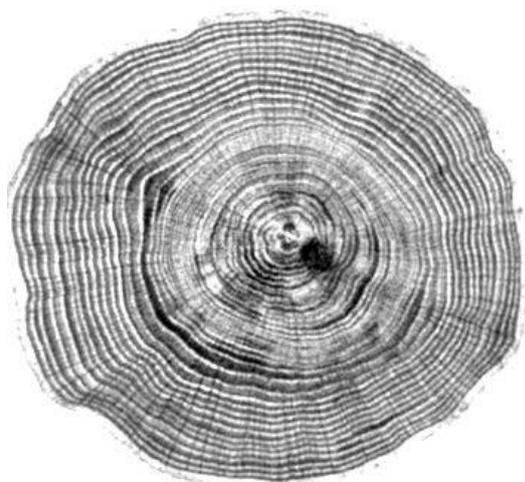


Fig. 1 : Image tomographique RX d'une section de grume de chêne

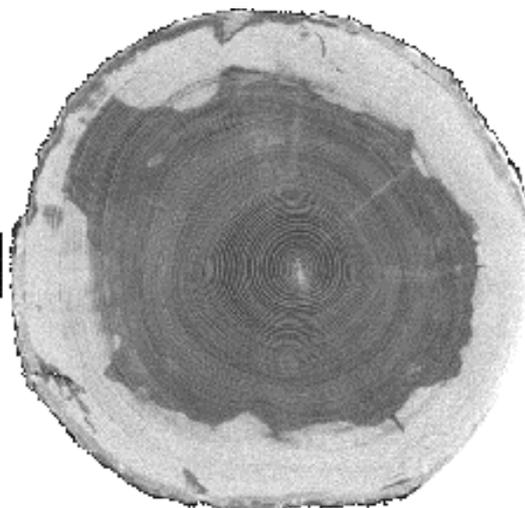


Fig. 2 : Image tomographique RX d'une section de grume d'épicéa



Fig. 3 : Simulation de débit à partir d'images tomographiques

Références

Almecija, B., Choffel, D., Daquitaine, R., Bombardier, V., Charpentier, P. (2013). Economical interest of a X-rays vision system in a planing mill production chain. *Journal of Physics: Conference Series*, 416(1). <https://doi.org/10.1088/1742-6596/416/1/012025>

Danvind, J., and Morén, T. 2004. Using X-ray CT-scanning for moisture and displacement measurements in knots and their surroundings. In *Proceedings of the 5th COST ACTION E15: Advances in Drying of Wood*, Athens, Greece, 22–24 April 2004. Edited by NAGREF/Forest Research Institute.

Giovannini, S., Boschetto, D., Vicario, E., Cossi, M., Busatto, A., Ghidoni, S., & Ursella, E. (2019). Improving Knot Segmentation Using Deep Learning Techniques. 21st International Nondestructive Testing and Evaluation of Wood Symposium, 40–47. GTR-272. Madison, WI: U.S. Department of Agriculture, Forest Service, Forest Products Laboratory.

Jacquin, P., Longuetaud, F., Leban, J. M., & Mothe, F. (2017). X-ray microdensitometry of wood: A review of existing principles and devices. *Dendrochronologia*, 42, 42–50.

Jacquin, P., Mothe, F., Longuetaud, F., Billard, A., Kerfriden, B., & Leban, J.-M. (2019). CarDen: A software for fast measurement of wood density on increment cores by CT scanning. *Computers and Electronics in Agriculture*, 156(1), 606–617.

Jaeger M., Leban JM, Boriane P., Chemouny S., Saint-André L., 1999. 3D stem reconstruction from CT scan exams. From log external shape to internal structures: 399-409. Actes du troisième colloque du groupe IUFRO S5.01-04, La Londe-Les-Maures, 5 au 12 septembre 1999. Editeur ERQB, INRA Nancy.

Leban, J.-M., Hervé, J.-C., Bontemps, J.-D., Longuetaud, F., Mothe, F., Jacquin, P., 2016. Measurement of the annual biomass increment of the french forests - XyloDensMAP project. In: IUFRO Working Parties 5.01.04 and 3.02.04 (WoodQc), 12–17 June 2016, Québec/Baie-St-Paul, Canada.

Polge, H. (1967). The use of X-Ray densitometric methods in dendrochronology. *Tree Ring Bulletin*, 30(1–4), 1–10.

Rais, A., Ursella, E., Vicario, E., & Giudiceandrea, F. (2017). The use of the first industrial X-ray CT scanner increases the lumber recovery value: case study on visually strength-graded Douglas-fir timber. *Annals of Forest Science*, 74(2), 1–9.

Schimleck, L., Dahlen, J., Apiolaza, L. A., Downes, G., Emms, G., Evans, R., ... Wang, X. (2019). Non-Destructive Evaluation Techniques and What They Tell Us about Wood Property Variation. *Forests*, 10(9), 728.

Ursella, E., Giudiceandrea, F., & Boschetti, M. (2018). A Fast and Continuous CT scanner for the optimization of logs in a sawmill Tomographic reconstruction. *Industrial Computed Tomography, (iCT)*, 8–12. Wels, Austria.

Wei, Q., Leblon, B., & La Rocque, A. (2011). On the use of X-ray computed tomography for determining wood properties: a review. *Canadian Journal of Forest Research*, 41(11), 2120–2140.

De l'écosystème industriel papetier vers la bioraffinerie

KLEM Armand¹

¹Norske Skog (Golbey)
armand.klem@norskeskog.com

L'usine de Golbey est une business unit du groupe Norvégien Norske Skog qui est un des leaders mondiaux de la production de papiers de presse (journaux et magazines) avec une production annuelle de 2,7 Million de tonnes dans 7 usines .

A Golbey nous produisons 600 000T de papier journal, destiné à 80% à l'exportation, à partir d'un tiers de bois issu des coproduits de la filière bois et foresterie et de deux tiers de papiers récupérés issus de la collecte auprès des ménages (journaux ,publicités ,magazines).

Malgré la décroissance structurelle de la consommation de papier de presse, en grande partie liée au développement du média numérique ,le groupe Norske Skog a pour stratégie de poursuivre son activité de production de papier journal / magazine mais en développant de nouvelles activités de diversification en lien avec nos métiers et compétences.

L'usine de Golbey est un des membres fondateur du cluster La Green Valley, qui se situe sur le site ,et a pour vocation de développer au côté de la communauté de communes d'EPINAL, des nouvelles activités industrielles dans le cadre de l'économie circulaire. Les infrastructures et services permettent grâce à la mutualisation de réduire les investissements et coûts opérationnels de façon significative. L'usine PAVATEX qui produit des panneaux de laine de bois pour l'isolation a saisi cette opportunité.



Fig. 1 : Norske Skog au sein de la green valley d'Epinal

Depuis 2005 et l'émergence des pôles de compétitivité, NSG s'est lancé dans la R&D collaborative et a ainsi développé son réseau notamment au niveau académique. Certains projets ont été sur le cœur de métier comme le projet Stickies (compréhension des facteurs de déstabilisation des colloïdes papetiers) Demowood (valorisation des bois de fin de vie en énergie ou pâte thermomécanique). La majorité des projets sont dans la chimie verte avec la valorisation de molécules issues de coproduits ou flux du site dans les domaines de la cosmétique , les nutraceutique ,le renforcement des plantes ,l'alimentation animale, les solvants verts : Le Bois Santé, Revacoppa, Sylfeed, Cyrène, Microalgues.

Presentation of innovations and markets that may emerge from a new wood chemistry sector

Kleinschmitt Andreas¹

¹Institute of Technology FCBA, France

Andreas.Kleinschmit@fcba.fr

Résumé

Les activités conduites et les compétences FCBA dans le domaine des fibres et de la chimie du végétal

Le futur des lignines : obtenir des lignines adaptées aux besoins. Des marchés potentiels = émulsifiants, molécules synthons, antioxydants, fibres de carbone, utilisation dans les matériaux de construction = résines, isolants, durabilité, impression 3D.

- Présentation du projet « Valorisation des lignines : une alternative biosourcée pour les matériaux de construction »
- Présentation du projet « Fabrication additive : la lignine matière première renouvelable pour les matériaux d'impression Projet WOOD3D »

Le futur des hémicelluloses : un gisement peu exploité mais une valeur ajoutée importante. Des marchés potentiels = charges, polymères biosourcés, énergie, molécules...

- Présentation « Hémicelluloses : un des composants de la biomasse les plus versatiles pour la chimie verte et les biomatériaux »

Le futur pour le bois massif : pour les matériaux bois et fibres Secteurs marchés = isolants, panneaux, bois massif

- Présentation du projet LignoFlam. En cours de transfert auprès des industriels.

La substitution carbone par les produits bois comme mesure d'atténuation : fronts de sciences et questions en suspens

CAURLA Sylvain¹

¹Bureau d'Economie Théorique et Appliquée
Université de Lorraine, Université de Strasbourg, AgroParisTech, CNRS, INRA, BETA,
54000 Nancy

sylvain.caurla@inra.fr

Résumé

La substitution carbone consiste à remplacer un produit, le produit « substitué », par un autre produit, le « substitut », offrant le même service mais dont le cycle de vie émet moins de gaz à effet de serre (GES). En particulier, la substitution carbone par les produits ligneux contribue de manière significative aux stratégies d'atténuation fondées sur les socio-écosystèmes forestiers (Gustavsson et al., 2007). Pour quantifier ce coefficient de substitution, il faut comparer les émissions de carbone d'un scénario de référence impliquant le produit substitué avec celles d'un scénario alternatif impliquant le substitut. La substitution est positive lorsque le scénario alternatif émet moins de GES que le scénario de référence et négative dans le cas contraire.

Si le principe semble simple, la littérature montre une fourchette très large pour les valeurs des coefficients substitution, même lorsque les scénarios comparés sont similaires. Par exemple, le bois utilisé pour la construction en Suisse évite l'émission de 1,3 tCO₂/m³ pour Werner et al. (2010), mais de seulement 0,5 tCO₂/m³ pour Suter et al. (2017). Une méta-analyse de ces études montre que les coefficients de substitution pour les produits ligneux de durée de vie moyenne à longue vont de - 2,3 à 15 tC évités par tC de produits ligneux (Sathre et O'Connor, 2010)

Nous expliquons ces différences par une prise en compte incomplète des déterminants dudit coefficient de substitution. Dans cette contribution, nous proposons de lister et d'expliquer ces déterminants, en particulier :

(1) **Les effets de compensation morale**: après avoir acheté un produit en bois, un consommateur peut compenser son achat écologique en dépensant des recettes supplémentaires pour l'achat de produits à forte intensité d'émissions. La substitution carbone peut ainsi diminuer et même devenir négative.

(2) **La croissance économique et des politiques futures**: la croissance économique ou les politiques peuvent augmenter la demande de produits ou de services. Selon si cette augmentation concerne les produits bois et/ou leurs substituts non-bois, la substitution peut augmenter ou diminuer.

(3) **Les technologies futures disponibles**: les technologies futures peuvent réduire les émissions du secteur substitué, du secteur substitut ou des deux. La substitution peut donc augmenter ou diminuer.

(4) **La concurrence entre produits bois**: l'utilisation du bois pour un secteur spécifique, par exemple la construction, empêche son utilisation pour un autre secteur, par exemple le bois de chauffage. Dans cette exemple, cela évite les émissions provenant de la combustion du bois

mais augmente les émissions provenant des substituts du bois de feu, par exemple les combustibles fossiles, abaissant la valeur de la substitution.

(5) **L'augmentation de la récolte de bois sur le carbone séquestré dans les forêts**: l'intensité de la récolte affecte la séquestration du carbone dans les forêts. Un rebond de la croissance des arbres associé à une intensité de récolte plus élevée pourrait entraîner une substitution nette plus élevée.

(6) **Les compétitions pour l'utilisation des terres**: une utilisation croissante du bois peut réduire la disponibilité des terres pour d'autres productions, ce qui peut entraîner des émissions indirectes supplémentaires et une valeur de substitution plus faible.

(7) **Le puits forestier futur** : selon que le puits in-situ sera important ou faible, le bilan carbone d'un accroissement de la récolte deviendra blanc ou noir.

Références

Gustavsson, L. et al. (2007) Using biomass for climate change mitigation and oil reduction. *Energy Policy* 35(11):5671–5691.

Sathre, R., O'Connor, J. (2010) Meta-analysis of greenhouse gas displacement factors of wood product substitution. *Environmental Science & Policy*, 13:104–114.

Suter, F., Steubing, B. and Hellweg, S. (2017) Life Cycle Impacts and Benefits of Wood along the Value Chain: The Case of Switzerland. *Journal of Industrial Ecology*, 21:874–886.

Werner, F. et al. (2010) Carbon pool and substitution effects of an increased use of wood in buildings in Switzerland: First estimates. *Ann. For. Sci.*, 62: 889–902.

Session poster A – Lundi 18 Novembre

A01 : Soudage du bois par frottement : approche tribologique

AYEM Mariem, ROIZARD Xavier, CORNUAULT Pierre-Henri, ASSOUL Mohamed,
COLAS Guillaume, CARPENTIER Luc

Institut FEMTO-ST, Département Mécanique Appliquée
Université Bourgogne Franche-Comté (UBFC)/ENSMM
mariem.ayem@femto-st.fr

Mots clés : bois ; frottement ; tribologie ; modification de la surface

Contexte et objectifs

Les techniques d'assemblage du bois massif dans l'industrie du meuble et du génie civil faisant intervenir un matériau extérieur (en particulier la colle) présentent plusieurs inconvénients : un coût supplémentaire, un aspect esthétique et un impact environnemental (libération de solvants dans l'atmosphère). Le procédé de soudage du bois par frottement a été découvert en 1996 par Sutthoff et ses collaborateurs [1]. Au début des années 2000, cette technique a été développée à l'école polytechnique fédérale de Lausanne (EPFL) [2].

L'intérêt de ce procédé est de réaliser des assemblages de pièces massives en les soudant par friction sans ajout de matière extérieure. Cette technique permet d'avoir une résistance mécanique équivalente à une colle à bois et des produits plus respectueux de l'environnement en s'affranchissant de la libération de solvants dans l'atmosphère. Le soudage par friction présente aussi un gain de temps en évitant le temps de séchage. La durée nécessaire pour réaliser un assemblage est inférieure à une minute (1 mn) et aucune préparation particulière des surfaces n'est nécessaire. Cette technique a été mise en pratique (Gfeller et Pizzi [3,4]) sur des machines de soudage par friction classiques. Le soudage du bois par frottement est généralement réalisé selon deux configurations possibles. La première, appelée soudage par rotation, consiste à insérer un tourillon dans les pièces à assembler, les pièces étant préalablement percées à un diamètre inférieur au tourillon. La deuxième configuration est le soudage plan sur plan, appelé aussi soudage linéaire ou vibrationnel. Les pièces, en contact sous pression, sont en mouvement relatif alternatif linéaire. Nous nous intéressons à cette dernière configuration dans cet article.

Lors du frottement de deux pièces en contact sous une pression donnée et animées d'un mouvement relatif, il y a augmentation de la température dans le contact (jusqu'à 250°C) induite par les forces de frottement. La transformation et la fusion de composants du bois dans la surface de contact tels que la lignine et l'holocellulose (hémicellulose & cellulose) vont former un troisième corps visqueux. Celui-ci se présente sous la forme d'un composite de fibres enchevêtrées et noyées dans une matrice fondue jouant le rôle d'une colle qui se solidifie après refroidissement créant un joint de soudure en quelques secondes. La bibliographie sur ce procédé est importante, mais une seule étude tribologique a été réalisée par P.H. Cornuault [5]. Nous avons une approche tribologique et énergétique permettant de comprendre les différents mécanismes entrant en jeu durant le soudage tels : l'évolution de la température, les transformations physico-chimique à l'interface durant le soudage.

Matériels et méthodes

Les essais de frottement sont effectués à température ambiante sur un tribomètre Cameron-Plint (TE77) avec un déplacement alternatif d'amplitude 4.4 mm et une fréquence allant jusqu'au 50Hz. Le coefficient de frottement (μ) est calculé avec la relation : $\mu = \frac{F_t}{F_N}$. Nous avons utilisé des échantillons de bois de hêtre avec 12% d'humidité. La géométrie de contact est plan sur plan entre un cylindre de diamètre 8 mm et un parallélépipède de dimension 1.4 x 1.4 x 1.2 cm.

Les essais réalisés permettent de suivre l'évolution du coefficient de frottement (μ) en fonction du nombre de cycles (N) effectués. Après l'arrêt d'un essai nous maintenons sous pression les pièces en contact durant deux minutes (2 mn). Nous avons fait varier la pression de contact (P_s) jusqu'à 6 MPa. L'évolution du coefficient de frottement en fonction du temps présente différentes étapes expliquant des mécanismes tribologiques (Fig.1).

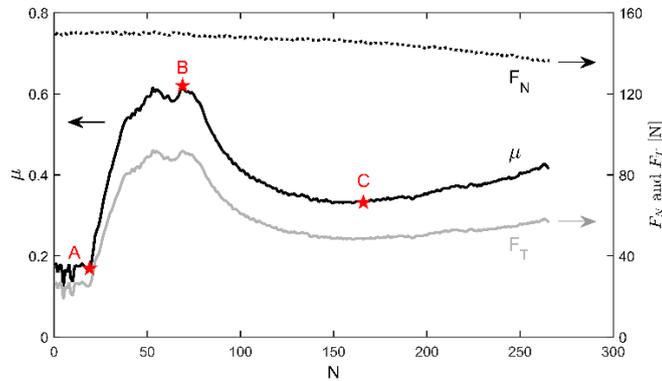


Fig.1 : Evolution de μ_{moy} et F_N lors du soudage : jusqu'au A->évaporation de l'humidité dans le contact ; A->B : formation de débris d'usure sous forme de rouleaux ; B->C : formation d'un 3^{ème} corps (phase optimale pour le soudage) ; après C : usure importante et dégradation du matériau

Nous avons développé un modèle basé sur la méthode d'éléments finis (FEM) pour comprendre l'évolution des températures dans et sous le contact durant un essai de frottement. Nous utilisons les valeurs mécaniques mesurées F_t , F_N pour accéder numériquement à l'évolution de la température à différentes profondeurs dans le bois. Ceci permet de comprendre les modifications du contact durant le soudage et d'identifier les différentes réactions chimiques qui ont eu lieu.

Résultats et discussion :

Des essais de frottements linéaires à température ambiante ont été réalisés avec une pression de contact jusqu'à 6 MPa et une vitesse moyenne de 0.44 ms^{-1} avec un arrêt entre B et C (voir figure 1). Ces conditions permettent de réaliser une soudure entre les deux pièces (fig.2).



Fig.2 : Echantillon soudé : $P_s=6\text{MPa}$, $v=0.44\text{m.s}^{-1}$.

Pour chaque cycle, la puissance dissipée par frottement est calculée. Le modèle numérique développé permet de prédire la variation de la température dans la surface de contact et dans le volume en utilisant les résultats d'énergie expérimentaux. Une simulation par la méthode d'éléments finis sur ELMER a été faite et nous permet de suivre l'évolution de la température responsable des changements de l'interface.

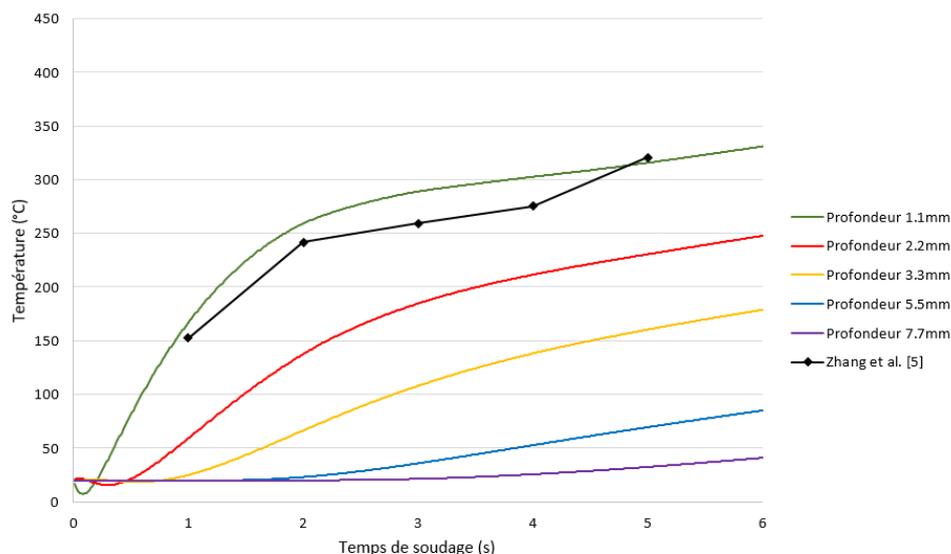


Fig.3 : Comparaison des courbes d'évolution de la température à différentes profondeurs obtenues par le modèle numérique et un résultat obtenu dans la littérature [6]

Les résultats numériques obtenus sont cohérents avec les résultats expérimentaux de la littérature. Connaissant les réactions chimiques des différents composants du bois en fonction de la température, après validation nous pourrions prédire les conditions optimales d'obtention d'un cordon de soudure.

Conclusion et perspectives

La mesure du coefficient de frottement permet d'identifier différentes phases durant un essai (figure 1) et assure un contrôle précis du procédé de soudage du bois par frottement.

Le développement d'un modèle numérique, alimenté par les mesures de coefficient de frottement, permet de prédire l'évolution de la température en volume et en surface. Ce modèle sera validé par des mesures de températures dans le massif durant l'essai de soudage.

Il sera nécessaire d'optimiser les conditions d'essai (pression de contact, vitesse, taux d'humidité, environnement ...) afin d'obtenir une meilleure résistance mécanique du cordon de soudure. La résistance mécanique du cordon de soudure sera étudiée avec différents essais mécaniques.

Références

- [1] B. Sutthoff, U. Franz, H. Hentschel and A. Schaaf, (1996), Patentschrift DE 196 20 273 C2
- [2] K.-U. Gliniorz, S. Mohr and J. Natterer, (2001) in: Proceedings of the First International Conference of the European Society for Wood Mechanics, P. Navi (Ed.), pp. 571–574. Reprography EPFL, Lausanne, Switzerland
- [3] B. Gfeller, M. Zanetti, M. Properzi, A. Pizzi, F. Pichelin, M. Lehmann and L. Delmotte (2003), J. Adhesion Sci. Technol. 17, 1573–1589
- [4] A. Pizzi, J.-M. Leban, F. Kanazawa, M. Properzi and F. Pichelin, (2004) J. Adhesion Sci. Technol. 18, 1263–1278
- [5] P.H Cornuault, L.Carpentier, Tribological mechanisms involved in friction wood welding (2019) Tribology International 141

[6] H.Zhang, A.Pizzi, W.Lu and Z.Wang (2017) Study of the End-grain Butt Joints Obtained by Friction Welding of Moso Bamboo

A02 : Equilibre hydrique d'éléments bois de forte section et modélisation des structures mixtes

APPLICATION AUX PONTS BOIS/BETON COLLES

QUINTERO Christian¹, SAUVAT Nicolas², DUBOIS, Frédéric², MILLEN Anne²

^{1,2}GC2D, Univ. Limoges, Egletons

christian.quintero-reyes@etu.unilim.fr

Mots clefs : Diffusion hydrique ; structures mixtes ; interface.

Contexte général

L'optimisation des performances mécaniques des structures du génie civil passe souvent par un usage de la mixité des matériaux. Ainsi, ces structures dites composites sont sollicitées à l'interface à la fois par le chargement mécanique (poids propre, charges d'exploitation ...) mais également par les effets de variations dimensionnelles différentielles, dues aux variations climatiques (matériaux thermosensibles et/ou hygroscopiques), et enfin par les phénomènes mécaniques dépendants du temps. Si le collage structural optimise le transfert d'effort entre les matériaux connectés par sa raideur élevée par rapport aux jonctions mécaniques, il est particulièrement sensible à ces phénomènes parasites pour la structure.

La vérification du dimensionnement des structures en bois est régie par l'Eurocode 5 [1]. Par contre, il n'existe pas de version d'Eurocode dédiée au dimensionnement des ouvrages mixtes bois et béton, ou acier, à l'instar de l'Eurocode 4 [2] pour les structures acier-béton. Les effets thermiques y sont déjà encadrés, avec des charges thermiques T_k générant des variations dimensionnelles dont les effets sont inclus dans les combinaisons fondamentales. Par contre, les effets hydriques sur les composants bois sont pilotés par trois classes de service définies de manière simple, et supposant un équilibre uniforme, ce qui est loin d'être le cas vu les faibles cinétiques de diffusion de l'humidité dans le bois. Les probables variations dimensionnelles du bois dues aux variations hydriques ne sont quant à elles définies dans aucun texte, ni en termes d'écart à considérer, ni en termes d'impact sur l'état mécanique.

Application aux ponts bois béton collés

Le comportement de la liaison par collage structural de bois béton a déjà fait l'objet d'un fort investissement scientifique. Les travaux de thèse encadrés par le laboratoire Navier [3,4,5] et en partenariat avec le CEREMA ont permis de défricher les problématiques de fabrication et de comportement. L'optimisation de ces structures doit reposer sur des modèles de comportement proches de la réalité en rappelant que la durée de vie en service d'un ouvrage d'art est de 100 ans. Un Guide Méthodologique encadre la conception des ponts mixtes bois / béton, avec une connexion mécanique par goujons [3]. Sur cette base, une solution alternative pas collage structural est développée ici.

Le présent travail est consacré à la justification détaillée du comportement dépendant du temps et de l'environnement des interfaces collées dans des structures mixtes ou multicouches. L'objectif final est de proposer des outils de dimensionnement du comportement long terme du système collé, en s'appuyant sur des modèles mécaniques dédiés, et des nouvelles combinaisons d'actions. Ce papier se limite à la présentation de la simulation de l'état hydrique à long terme dans une section de pont.

Simulation de transfert de chaleur et de masse dans le bois en ambiance variable

Une simulation par Eléments Finis est développée pour étudier particulièrement dans cette présentation l'état hydrique à long terme. Le modèle est appliqué au cas d'une passerelle sur une rivière située en Saône et Loire, dont le remplacement est prévu dans les années à venir par une solution mixte collées. Les géométries utilisées proviennent d'un pré-dimensionnement effectué dans le cas d'une connexion parfaite entre les matériaux. L'ambiance extérieure est donc caractérisée par une humidité orientant sur un choix constructif en classe de service 3. Cependant, du fait de la massivité des nervures bois, 800 x 800 mm², et de l'inertie de la diffusion de l'eau dans le bois, la classe de service retenue pour le dimensionnement dans le Guide méthodologique du CEREMA est la classe 2.

Le modèle de diffusion utilisé est développé dans [4]. Il intègre, sur la base d'un calcul couplé en transfert de masse et de chaleur, une sensibilité des paramètres de diffusion hydrique à la chaleur (hystérésis de sorption, coefficient de diffusion). Il permet de prédire l'évolution de la teneur en eau et la température au cours du temps, et leur distribution dans la section de la poutre.

L'ambiance variable est reproduite par environnements climatiques fictifs, créé à partir d'une association de deux sinusoïdes représentant les variations annuelles, et séquentielles sur 15 jours. Les variations de température et humidité représentent un cas idéalisé de la classe de service 3 (Fig. 1). L'évolution d'humidité relative extérieure est écrêtée à 100%. Pour la température, l'influence des températures négatives sur la diffusion étant peu connue aujourd'hui, la valeur minimale retenue est 0°C. La simulation débute par une mi-saison, en l'occurrence l'équivalent du mois de mars, pour minimiser le saut numérique inévitable en début de simulation, dépendant du choix arbitraire de l'humidité initiale interne homogène. Mais toute sollicitation peut être testée, y compris des enregistrements extérieurs.

Une vue du maillage développé est présentée Figure 2. L'interface et une zone de 20mm d'épaisseur en périphérie des éléments bois sont particulièrement raffinés au niveau du maillage. Avec la géométrie étudiée, le maillage est composé d'éléments QUA8 (Cast3M), 1470 pour le bois et 510 pour le béton, et de 30 éléments joint JOI3 (Cast3M) à l'interface.

Les sections importantes étudiées ici impliquent technologiquement de coller sur les faces 4 poutres lamellé-collé de 20 cm d'épaisseur. Il existe donc des plans de collage horizontaux entre lamelles, et verticaux entre poutres. Les propriétés de diffusion hydrique à travers ces plans n'étant pas connues, et pour une approche exploratoire, seul le plan de colle vertical sera considéré comme imperméable. La diffusion thermique n'est, quant à elle, pas influencée par les joints de colle.

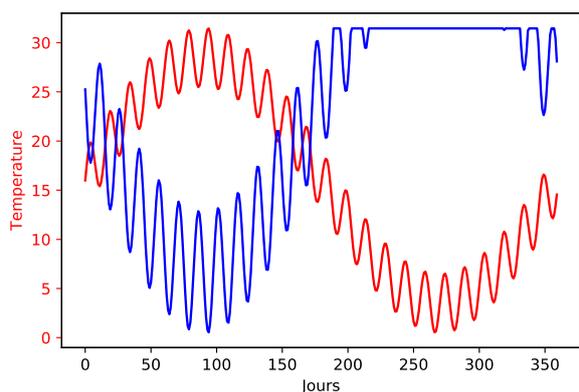


Figure 1 : Évolution idéalisée de la température et de l'humidité relative pour un an.

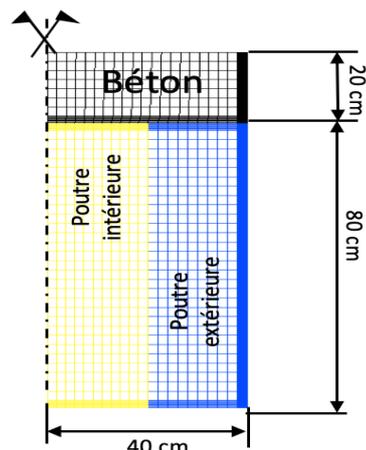


Figure 2 : Maillage d'une demi-section transversale

L'humidité initiale du bois est imposée à 12%. Dans la *Figure 3* est présentée le champ hydrique calculé dans la poutre lamellée collé dans le cas d'un blocage complet de la diffusion hydrique par les joints de colle.

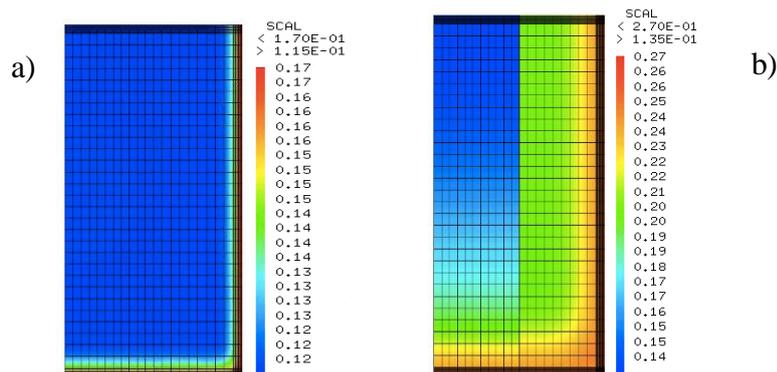


Figure 3 : Exemple de champs hydriques dans la poutre bois pour a) fin de l'année 1, b) fin de l'année 10

La Figure 4 présente l'évolution de teneur en eau moyenne pour chaque poutre. Le blocage du flux hydrique par le joint de colle vertical entre poutre a une incidence très forte. La poutre extérieure voit son humidité moyenne se stabiliser au bout d'environ 15 ans, alors que la poutre intérieure, avec une faible surface d'échange, poursuit son humidification après 50 ans. Enfin, la valeur de stabilisation, entre 19 et 22 %, nous orienterait clairement pour une hypothèse de classe de service 3.

Conclusions

La modélisation de l'état hydrique des nervures bois d'un pont bois/béton collé, en conditions extérieures, nous renseigne sur les valeurs d'humidité atteintes, ainsi que sur leur cinétique. Avec les hypothèses utilisées dans ce travail, les résultats nous orienteraient clairement vers une hypothèse de classe de service 3 pour le dimensionnement, avec une forte hétérogénéité interne. Ces résultats doivent être consolidés par une modélisation plus fine de la diffusion à travers les joints de colle, et une étude paramétrique des conditions météorologiques d'entrée.

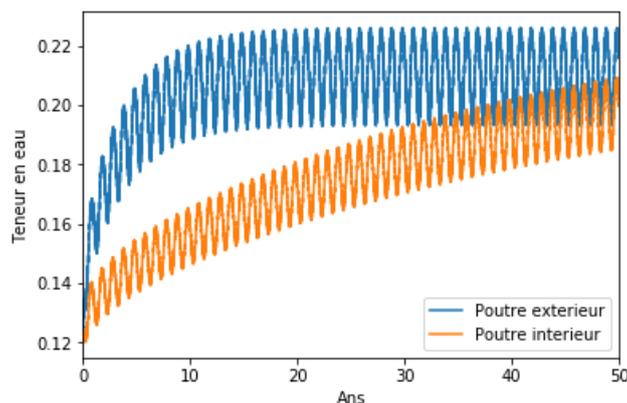


Figure 4 : Evolution de teneur en eau moyenne par poutre sur 50 ans

Perspectives

A partir des champs hydriques et thermiques simulés, la suite directe de ce travail consiste à évaluer les contraintes empêchées dues aux variations dimensionnelles. Les objectifs finaux de la thèse viseront une caractérisation expérimentale de l'influence des joints de colle sur la diffusion hydrique. En termes de simulation numérique, l'implémentation d'un modèle de joint endommageable sera associée à l'intégration de la viscoélasticité sur le bois, la colle, le béton. A l'échelle du pont, l'outil final permettra l'optimisation du dimensionnement des nervures en bois, et la proposition de combinaison d'actions climatiques pour le cisaillement différentiel entre béton et bois.

Remerciements

Ce travail de recherche est financé par la région Nouvelle Aquitaine. Il s'inscrit dans le cadre d'un consortium (GC2D, LABOMAP et CEREMA) qui vise à réaliser un démonstrateur.

Références

- [1] NF EN 1995-2 :2005, Eurocode 5 – Conception et calcul des structures en bois partie 2 : Ponts Annexe nationale.
- [2] NF EN 1994-2 :2006, Eurocode 4 – Calcul des structures mixtes acier-béton- Partie 2 : règles générales et règles pour les ponts.
- [3] Guide méthodologique CEREMA : Eurocode 5 – Application aux ponts mixtes bois/béton à poutre lamellé collé, à paraître.
- [4] Varnier M. et al . Influence of temperature in a mass transfer simulation: Application to wood, à paraître
- [5] PHAM H.S. (2007) Optimisation et comportement en fatigue de la connexion bois-BFUP pour de nouveaux ponts mixtes, Doctorat École Nationale des Ponts et Chaussées.
- [6] Trung N., V. A. (2010) Mutirenforcement du bois lamellé-collé. Doctorat, École Nationale des Ponts et Chaussées.
- [7] Loulou L. (2013) Durabilité d'un assemblage mixte bois-béton collé sous chargement hydrique. Doctorat, Université Paris-Est.
- [8] Varnier M. (2019) Comportement thermo-hygro-mécanique différé des feuillus-Des sciences du bois à l'ingénierie. Doctorat, Université de Limoges.

A03: Determining the local deformation fields of wood-based panels set in moist conditions

Kibleur Pierre¹, Lehnebach Romain¹, Van den Bulcke Jan¹, Van Acker Joris¹

¹UGCT-Woodlab, Department of Environment, Faculty of Bioscience Engineering, Ghent University, Coupure Links 653, 9000 Ghent, Belgium
pierre.kibleur@ugent.be

Mots clefs : X-ray micro tomography; medium density fibreboard; hygro-absorption; dynamic processes

Background and motivation

Engineered wood products represent an ever-growing industry. With more than 100 million cubic meters produced every year, medium-density fibreboard (MDF) is among the more common ones, and is generally used for furniture and flooring. However, its use still remains preferred for the drier conditions, as it has a tendency to irremediably swell when exposed to water (Fig. 1).

This characteristic behaviour is believed to result from microstructural changes, and could therefore be observed in-situ with X-ray micro tomography (X-ray CT). However, two limitations intrinsic to X-ray CT must be considered. First, because MDF's principal constituent are individual wood fibres pressed together we require a high image resolution: in the order of a few μm , to resolve wood fibres whose diameter can be distributed around 20 μm (Standfest, 2010). The acquisition time of such high-resolution tomograms is typically longer than the swelling process itself. Second, because of the lack of X-ray absorption contrast between the wood fibres and the additives such as glue, the distribution of glue cannot be readily observed (Fig. 2). Instead, with dynamic X-ray CT, that glue distribution could potentially be inferred from the observation of local deformations inside the material.



Fig. 1 : Example application of MDF: flooring, having suffered water damage.

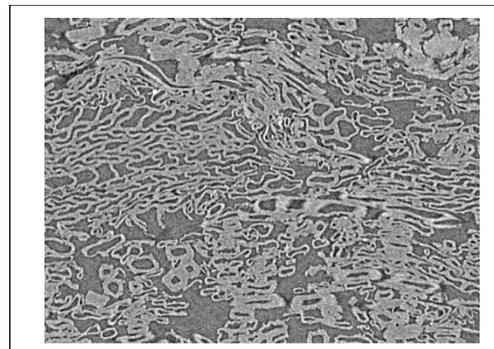


Fig. 2 : Cross-section of a high resolution (voxel size 500nm) scan of MDF

Materials and methods

To determine the three-dimensional deformation field in MDF swelling, we decided to use the motion-corrected reconstruction algorithm, previously developed at UGCT, Ghent University (De Schryver, 2018). The experimental setup then consists of a mm-sized MDF sample, the Nanowood X-ray CT scanner (UGCT-Woodlab, Ghent University), a GenRH portable humidity generator (Surface Measurements Systems, UK), and a custom-made climate chamber (Patera, 2014).

However powerful, the chosen algorithm relies on strong assumptions, which created the need for gathering prior information regarding the swelling dynamics of MDF. We therefore developed a photography setup to do a first characterization of the material (Fig. 3). By making use of time-lapse photography (period of 30s), we could automatically extract the shape of the sample as it evolves in moist conditions, an analysis that guided the subsequent acquisition of tomograms.

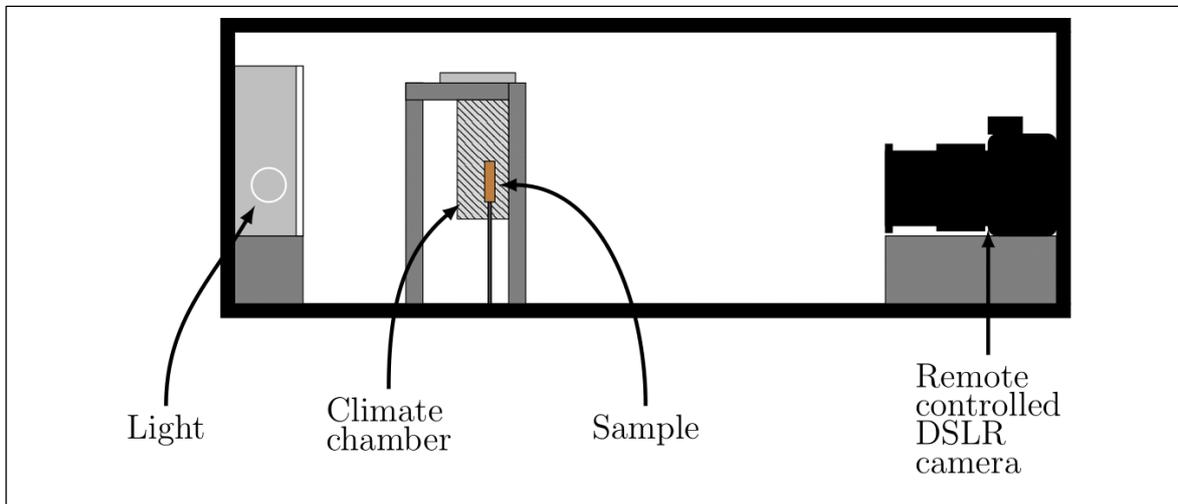


Fig. 3 : Photography setup, to acquire time-lapse videos of MDF swelling in a moist environment.

We proceeded further with the acquisition of high-resolution tomograms (voxel size $2.5 \mu\text{m}$), that constitute a single dynamic dataset. It consists in 6003 projections, each acquired over a 1s exposition time, with a tube voltage of 40 kV and power of 4 W. A manual, discrete registration of some noticeable features throughout the projections allow to constrain the subsequent automatic registration.

Results and discussion

A first experiment with photography allowed us to find in time a region of linear swelling regime (Fig. 4), with imposed conditions inside the climate chamber of 90% relative humidity (RH) and 25°C . The sample thickness corresponds to the sample lengths in pixels, that is scaled to mm by the initial sample thickness. This result is used to constrain the acquisition of a dynamic tomography dataset: in the same environmental conditions, a stabilization time of 20 minutes is required.

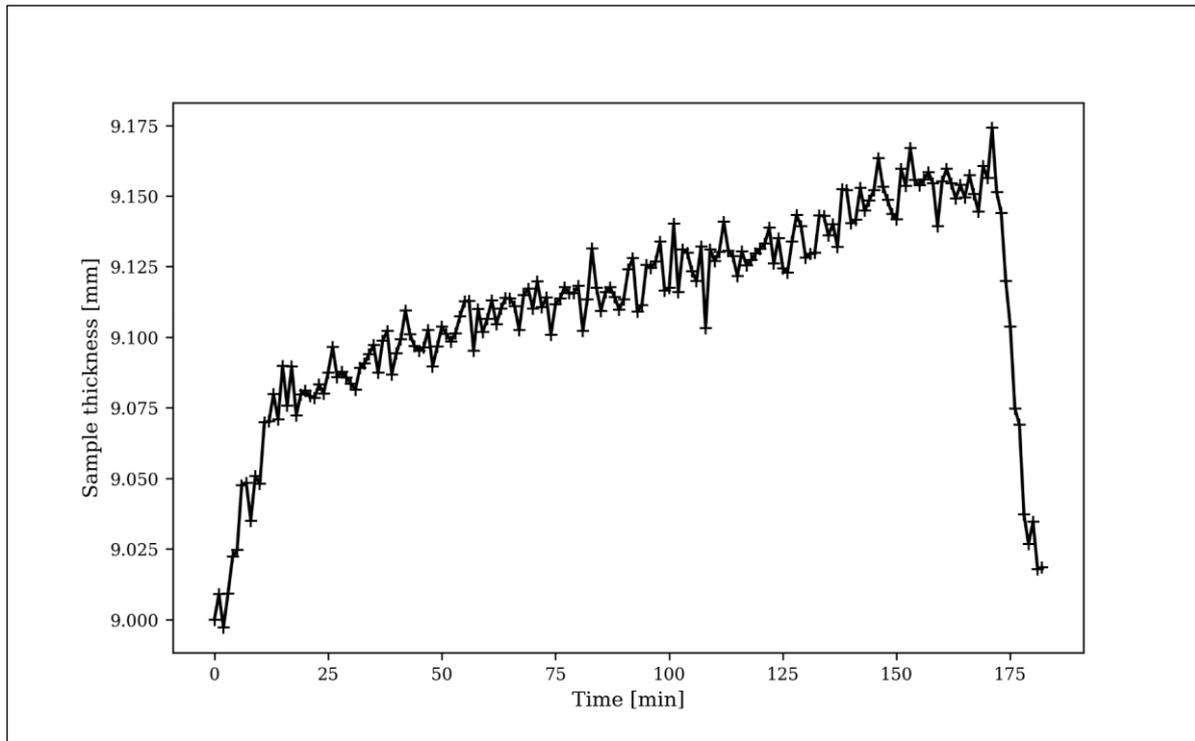


Fig. 4 : Swelling of a 2x2x9 mm standard MDF sample, placed in humid conditions at 90% RH and 25 °C for about three hours.

Slices of naively reconstructed volumes are finally presented (Fig. 5). Although these reconstructions contain serious motion artefacts which will eventually be corrected for, we can already qualitatively assert the upwards displacement of noticeable features, such as a crack near the top of the sample. The last 4001 projections used in those reconstructions were acquired after 20 minutes of stabilization time in a 90% RH environment. Instead, the first 2001 projections were acquired before, for reference purposes, in a dry state.

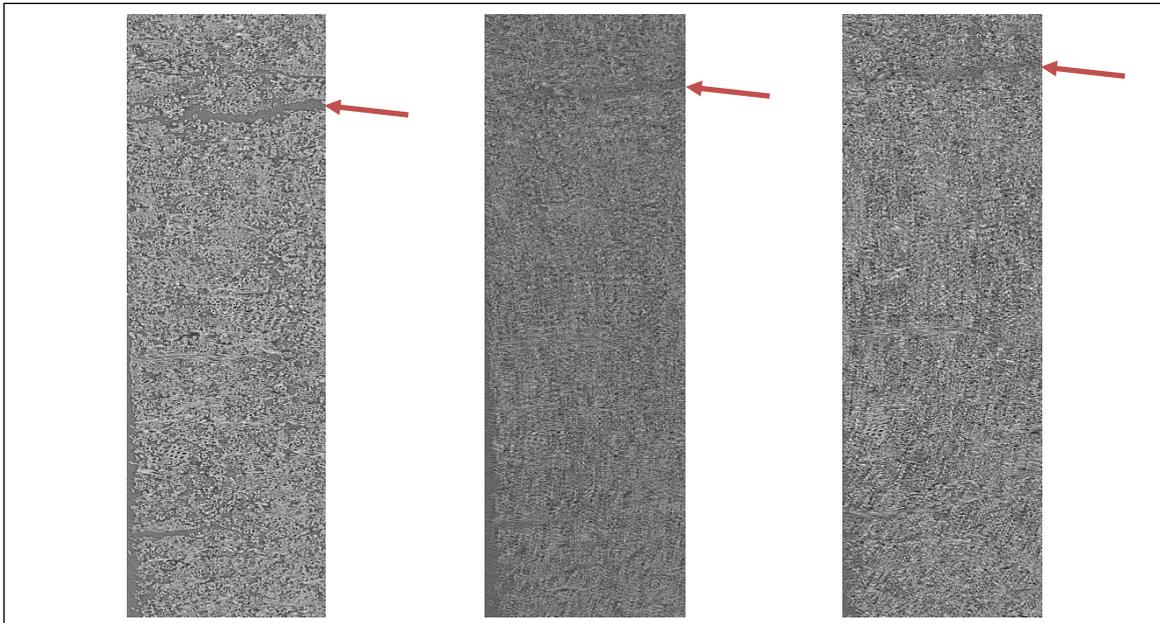


Fig. 5 : Vertical slices of naively-reconstructed volumes. The leftmost volume was reconstructed from projections acquired in a dry state. Subsequently, and after a precise stabilization time, projections are acquired while the sample is swelling in a humid environment at 90% RH.

Conclusion and perspectives

The resulting dataset constitutes a promising basis for subsequent analysis using the motion-compensated reconstruction algorithm. Efforts are currently being made in that direction.

Acknowledgements

This work is part of the FWO-funded project Model-Coupled 4D- μ CT for Advanced Material Characterization (MoCCha-CT: <https://www.ugent.be/we/ugct/en/research/moccha-ct>).

References

De Schryver, T., Dierick, M., Heyndrickx, M., Van Stappen, J., Boone, M., Van Hoorebeke, L., and Boone, M. (2018) Motion compensated micro-CT reconstruction for in-situ analysis of dynamic processes, *Scientific Reports*, 7655 (8) 1, 2045-2322.

Patera, A. (2014) 3D experimental investigation of the hygro-mechanical behaviour of wood at cellular and sub-cellular scales. PhD thesis, ETH-Zürich.

Standfest, G., Kranzer, S., Petutschnigg, A., and Dunky, M. (2010) Determination of the microstructure of an adhesive-bonded medium density fiberboard (MDF) using 3-D sub-micrometer computer tomography. *Journal of Adhesion Science and Technology*, 24:8-10, 1501-1514.

A04 : Étude de la morphogenèse du bois par mesures corrélatives à l'échelle nanométrique.

Aubin Normand¹, Anne Charrier¹, R. H. Farahi², A. Passian² and Aude Lereu^{3*}

¹Aix Marseille Univ, CNRS, CINAM, 13009 Marseille, France

² Oak Ridge National Laboratory, Oak Ridge, TN, USA

³ Aix Marseille Univ, CNRS, Centrale Marseille, Institut Fresnel, 13013 Marseille, France
normand@cinam.univ-mrs.fr, *aude.lereu@fresnel.fr

Mots clefs : morphogénèse du bois, bois de tension, nano-indentation, biomécanique.

Contexte et objectifs :

Les arbres ont la capacité de modifier leur forme en générant une contrainte interne par la croissance de bois de réaction. De nombreuses hypothèses existent pour tenter d'expliquer comment ces contraintes sont générées au sein des parois cellulaires (Alméras, 2016). Cependant, un manque de données, notamment sur les propriétés mécaniques, ne permet d'établir de modèle suffisant pour confirmer ces différentes hypothèses et ainsi comprendre l'impact des contraintes en résultant à l'échelle de la paroi. Ce projet a donc pour objectif d'évaluer quantitativement et d'établir des corrélations entre mesures de propriétés mécaniques, chimiques et structurales afin de mieux comprendre les mécanismes de tension au sein des parois cellulaires dans le cas des angiospermes.

Matériel et méthodes :

Les échantillons sont extraits de jeunes pousses peupliers cultivés en plein champ (pépinière de Cadarache, France) à partir de plusieurs souches de même espèce. Elles ont été mises sous contrainte après deux mois de croissance en les attachant à des tuteurs afin de forcer le processus de réorientation (Fig. 1). D'après la littérature (Abedini, 2015), l'apparition de bois de tension apparaît à partir d'une semaine sous contraintes. Certaines pousses ont donc été coupées après ce temps caractéristique et des cubes de dimension 1x1x1 mm³ sont extraits des zones d'intérêts à l'aide d'une lame de rasoir. Des pousses non soumises à une contrainte sont aussi récoltées afin de servir d'échantillons de références (bois normal). Les échantillons sont ensuite déshydratés par une série de bains d'éthanol puis, si nécessaire, selon l'application visée, inclus en résine époxy. Des études montrent que la profondeur de pénétration de ces résines est réduite dans le bois normal (Konnerth, 2008, Arnould, 2015) mais mal connue dans la couche gélatineuse du bois de tension. Cependant, l'inclusion étant nécessaire au bon maintien de sa structure (Blair, 2005), une attention particulière sera portée à ce phénomène en comparant les valeurs obtenues sur échantillons inclus et non inclus et par une caractérisation chimique des parois par spectroscopie Raman. Une surface peu rugueuse est finalement obtenue à l'aide d'un couteau diamant monté sur un ultra-microtome.

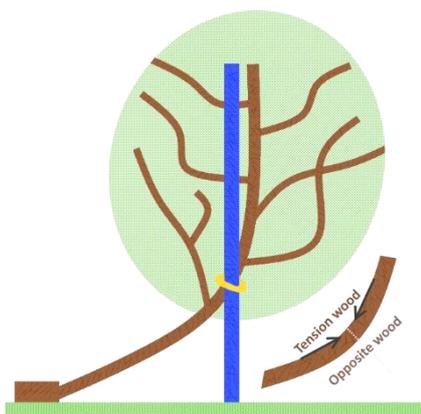


Figure 1 : jeune peuplier attaché à un tuteur afin de forcer la génération de bois de tension. L'inset de la figure montre les régions d'intérêt en bois de tension ou bois opposé.

La caractérisation nano-mécanique des parois de cellules de ces échantillons est effectuée à l'aide de nano-indentation par AFM. Cette technique présente l'avantage de permettre l'extraction de différentes grandeurs telles que le module d'élasticité réduit, un indice de viscoplasticité et la force d'adhésion (Farahi, 2017) (Fig. 2).

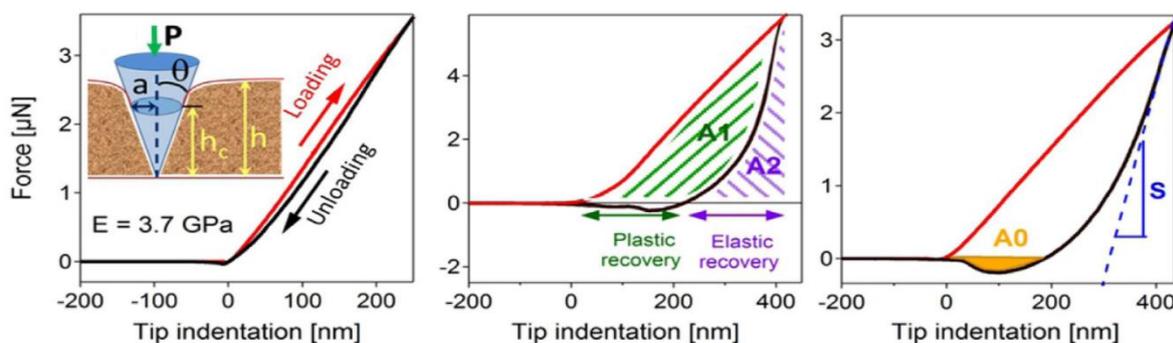


Figure 2 : Extraction des différentes propriétés mécaniques à partir des courbes force-déplacement acquises par nano-indentation.

Le module d'indentation réduit est obtenu suivant la méthode d'Oliver et Pharr (1992) :

$$S = \frac{dP}{dh} = \frac{2}{\sqrt{\pi}} M \sqrt{A}$$

Avec A l'aire de contact projetée, P la force appliquée, h la profondeur d'indentation et S la pente de la courbe force-déplacement (Fig. 2). Pour aller vers une corrélation entre propriétés nano-mécaniques et les propriétés chimiques et structurales du bois de réaction, l'utilisation complémentaire de la spectroscopie micro-Raman permet d'enregistrer des spectres traduisant la signature chimique et des informations structurales sur la zone illuminée. En effet, la spectroscopie micro-Raman consiste à balayer un faisceau laser sur l'échantillon et de collecter la diffusion inélastique résultante. De telles études sont ainsi réalisées sur du bois de réaction et du bois normal et les différentes zones de la paroi cellulaire sont examinées sur une gamme spectrale de 800 à 2000cm⁻¹ et couvrant ainsi les régions vibrationnelles de la cellulose, des hémicelluloses et de la lignine, entre autre. Le décalage de certains pics peut ainsi être relié à la présence de contraintes internes à l'échantillon impliquant un changement chimique et/ou structurel (Gierlinger, 2006).

Premiers résultats et discussion :

Les premières mesures nano-mécaniques, faites selon la direction longitudinale, ont mis en évidence une rigidité de la couche gélatineuse plus grande que pour les autres couches composant la paroi cellulaire (Fig. 3a). De plus, les cartographies de l'indice de viscoplasticité

(Fig. 3b) et de la force d'adhésion (Fig. 3c) permettent une excellente discrimination des différentes couches, démontrant l'intérêt de la mesure de ces grandeurs. Ainsi on observe un comportement plus viscoplastique pour la couche gélatineuse que dans la lamelle moyenne.

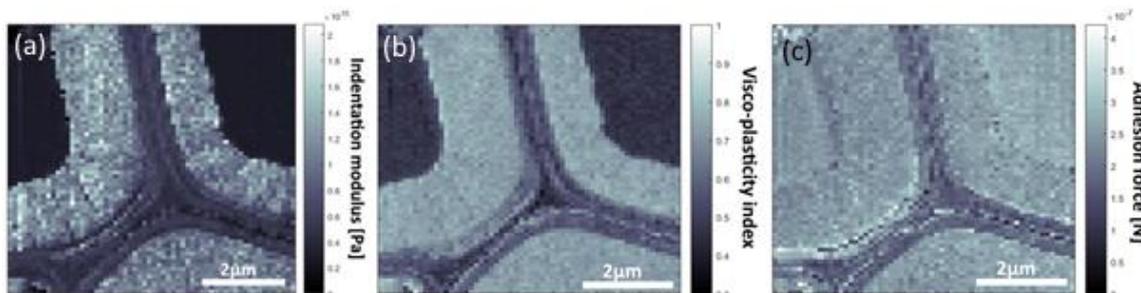


Figure 3 : Cartographies des module d'indentation, de l'indice de viscoplasticité et de la force d'adhésion à l'intersection de trois fibres de peuplier (résolution 100nm).

La spectroscopie Raman a permis la localisation des zones riches en lignine et en cellulose (Fig. 4). Un décalage significatif de 3cm^{-1} vers un nombre d'onde inférieur pour un pic caractéristique de la cellulose a été observé entre la couche gélatineuse du bois de tension par rapport aux autres couches.

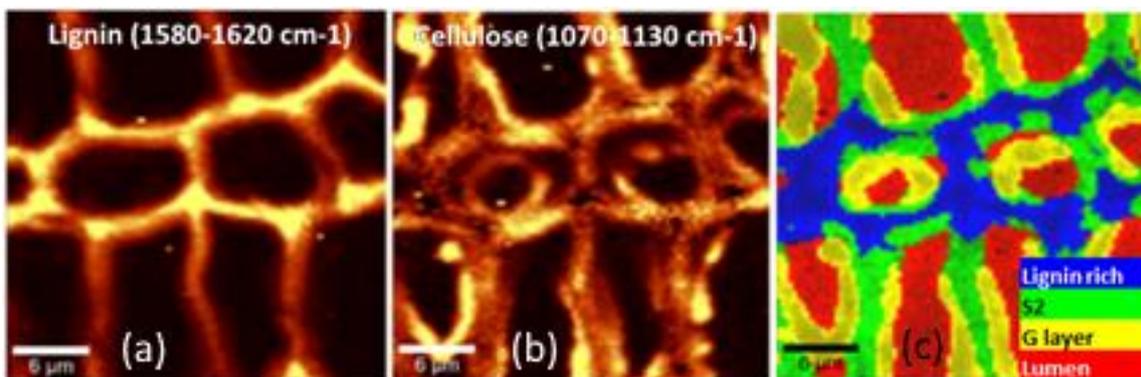


Figure 4 : Cartes obtenues par spectroscopie Raman sur du bois de tension. (a) intégration du signal dans la gamme $1580\text{-}1620\text{cm}^{-1}$ caractéristique de la lignine, (b) intégration du signal dans la gamme $1070\text{-}1130\text{cm}^{-1}$ caractéristique de la cellulose, (c) clusters obtenus par partition en k-moyennes ($k = 4$).

En comparant couche à couche un ratio qualitatif de la teneur en lignine/cellulose, on observe que la teneur en lignine est plus importante dans la couche secondaire (resp. la lamelle moyenne) du côté opposé au bois de tension que pour les mêmes couches dans le bois de tension (Fig. 5). Ainsi la réorientation ne semble pas seulement s'opérer par une modification radicale de la structure des cellules via le bois de tension mais aussi, à l'instar des gymnospermes (Alméras, 2016), par une modification de son côté opposé.

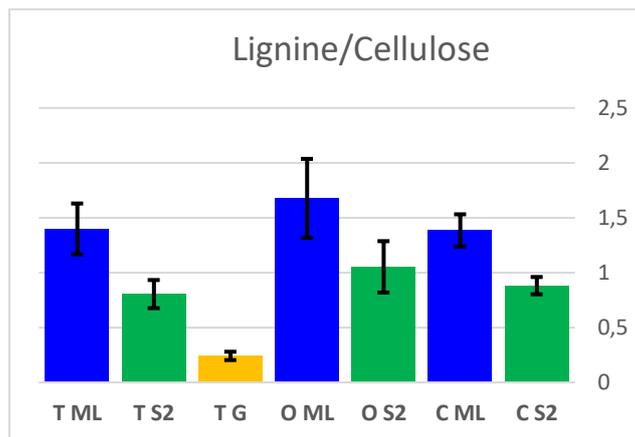


Figure 5 : Ratio lignine/cellulose selon la couche de la paroi (Lamelle moyenne ML, paroi secondaire S2 et couche gélatineuse G) et la localisation dans la section de la tige (Tension T, Opposé O et Contrôle ou bois normal C).

Perspectives :

Les parois cellulaires n'étant pas des matériaux isotropes, un unique module d'élasticité par couche n'est pas suffisant pour caractériser exhaustivement leur comportement mécanique. Il est alors nécessaire de réaliser des indentations dont l'angle varie avec l'angle de la fibre afin de calculer les constantes d'élasticité indépendantes de la direction de la mesure (Vlassak 1994, Jäger, 2011).

Les indices de viscoplasticité et de l'adhésion doivent être interprétés quantitativement pour comprendre ce que ces grandeurs peuvent apporter dans la compréhension du comportement mécanique et chimique du bois in vivo.

Enfin, sur les mesures Raman, il faut vérifier et confirmer le décalage observé d'un pic du spectre Raman correspond à la présence de tension interne ou si elle relève d'un artefact de mesure.

Remerciements :

Ce projet est financé par la fondation A*MIDEX à travers l'initiative d'excellence de l'université d'Aix-Marseille, programme d'investissement d'avenir. Les mesures Raman ont été réalisées avec le soutien du CNRS par un programme PICS et par le BioEnergy Science Center (BESC) du Oak Ridge National Laboratory.

Références :

- Abedini, R., Arnould, O., Laurans, F., Pourtahmasi, K., & Clair, B. (2015). Cell wall thickening in developing tension wood of artificially bent poplar trees. *IAWA Journal*, 36(1), 44–57.
- Alméras, T., & Clair, B. (2016). Critical review on the mechanisms of maturation stress generation in trees. *Journal of the Royal Society Interface*, 13(122).
- Arnould, O., & Arinero, R. (2015). Towards a better understanding of wood cell wall characterisation with contact resonance atomic force microscopy. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 74, 69–76.
- Clair, B., Gril, J., Baba, K., Thibaut, B., Sugiyama, J., (2005). Precautions for the structural analysis of the gelatinous layer in tension wood. *IAWA* 2005;26(2): 189–95

Farahi, R. H., Charrier, A. M., Tolbert, A., Lereu, A. L., Ragauskas, A., Davison, B. H., & Passian, A. (2017). Plasticity, elasticity, and adhesion energy of plant cell walls: Nanometrology of lignin loss using atomic force microscopy. *Scientific Reports*, 7(1), 1–11.

Gierlinger, N., Schwanninger, M., Reinecke, A., & Burgert, I. (2006). Molecular changes during tensile deformation of single wood fibers followed by Raman microscopy. *Biomacromolecules*, 7(7), 2077–2081.

Jäger, A., Bader, T., Hofstetter, K., Eberhardsteiner, J., (2011), *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 42(6), 677–685.

Konnerth, J., Harper, D., Lee, SH., Rials, TG., Gindl, W. (2008) Adhesive penetration of wood cell walls investigated by scanning thermal microscopy (SThM). *Holzforschung*;62(1):91–8

Oliver, W., & Pharr, G. (1992). An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. *Journal of Materials Research*, 7(6), 1564-1583.

Vlassak, J., & Nix, W. (1994). Measuring the elastic properties of materials by means of indentation. *Journal of Mechanical Physics and Solids*, 42(8), 1223–1245.

A05 : Quantification du gonflement du bois de peuplier à l'échelle cellulaire dans des solvants mixtes par corrélation d'images numériques.

Dusfour Gilles^{1,2}, Bossu Julie^{1,2}, Le Moigne Nicolas¹, Corn Stéphane¹, Trens Philippe², Di Renzo Francesco²

¹Centre des Matériaux des Mines d'Alès (C2MA), IMT Mines Alès, 6 avenue de Clavières, F-30319 Alès Cedex, France

²Institut Charles Gerhardt Montpellier, UMR 5253 CNRS, Université de Montpellier-ENSCM, 240 Avenue Emile Jeanbrau, 34296 Montpellier Cedex 5, France
gilles.dusfour@gmail.com

Mots clés : peuplier, gonflement, sorption, solvants mixtes, corrélation d'image numérique, déformation, cellule, microscopie optique.

Contexte et objectifs

Le bois possède des propriétés hygroscopiques qui le rendent sensible aux variations d'humidité (Engelund, 2013). En présence d'un liquide ou d'un gaz, le bois présente des propriétés de gonflement hétérogènes et anisotropes du fait de son organisation micro et macro structurale (Derome, 2011). Alors que ses propriétés de sorption sont bien connues dans le cas des solvants purs tel que l'eau et l'éthanol, elles n'ont été que très peu étudiées dans le cas de solvants mixtes (mélange d'eau et d'éthanol par exemple), (Bossu, 2018).

On se propose ici d'étudier le gonflement de coupes transversales de peuplier (obtenue au microtome) en présence de solvants mixtes et d'en analyser les différences de comportement. La visualisation du phénomène de gonflement au microscope optique permet d'enregistrer des images au cours de l'expérience pour ensuite réaliser une analyse d'image à travers la technique de corrélation d'image numérique (Murata, 2001). Il est alors possible de suivre l'évolution au cours du temps du champ des déformations dans les directions radiale et tangentielle et ainsi de quantifier le gonflement et la cinétique de gonflement de l'échantillon.

Matériel et méthode

Préparation des échantillons

Les solvants mixtes utilisés pour cette étude ont été réalisés à partir de solutions binaires de solvants organiques de polarité croissante (isopropanol, hexane, ethanol, dioxane, DMF et acétonitrile ; 99% ; Aldrich) et d'eau distillée. Pour chaque solution, trois concentrations ont été préparées : $X_v=25\%$, 50% et 75% (0% représentant ici le cas de l'eau pure et 100% du solvant pur).

Des placages de peuplier (*Populus tremula*) tranchés vert, non étuvés et non traités, ont été utilisés comme système ligneux modèle pour cette étude. Pour s'affranchir de la variabilité intra-arbre, plusieurs échantillons macroscopiques ont tout d'abord été découpés à la presse hydraulique dans la même zone d'aubier dans le sens des fibres (i.e. $R=5\text{mm}$ x $T=0.5\text{mm}$ x $L=45\text{mm}$). Des coupes radiales de $25\mu\text{m}$ d'épaisseur ont ensuite été réalisées au microtome (WSL GSL1) dans chacun des échantillons (i.e. $R=5\text{mm}$ x $T=0.5\text{mm}$ x $L=25\mu\text{m}$). Les différentes coupes obtenues proviennent d'une zone de bois formée à la même période et sont quasiment exemptes d'extractibles (facteur de variabilité notable de la stabilité dimensionnelle du bois (Bossu 2016)). Cet échantillonnage présente alors une grande homogénéité de structure et de composition chimique. Les coupes ont finalement été fixées en garantissant un espacement homogène entre lame et lamelle et stabilisées en conditions environnementales durant un mois

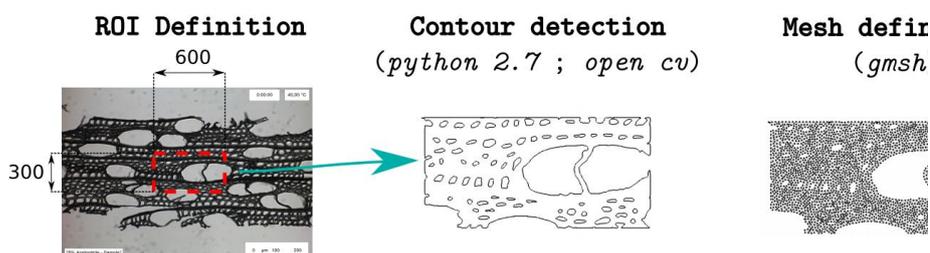
($T=25^{\circ}\text{C}$; $H\%=45\%$). Un séchage préliminaire de 60°C en étuve a été réalisé pendant la nuit précédant l'expérience de gonflement.

Expérience et Observation du gonflement

Les observations de gonflement ont été réalisées à l'aide d'une caméra numérique couplée à un microscope (Leica DM LM/P). Une platine Peltier est montée sur la platine d'observation, permettant de maintenir la température de l'échantillon à 40°C pendant toute l'expérience, pour éviter toute fluctuation des conditions thermiques au cours de l'expérience et entre les échantillons. Une fois l'échantillon positionné et stabilisé à 40°C (1min), une goutte de solvant mixte est déposée à l'extrémité de la lame, et imprègne rapidement par capillarité la zone entre lame et lamelle. Le solvant imprègne ainsi la coupe de peuplier dont les variations dimensionnelles sont suivies par caméra (4 images/s).

Maillage numérique

Pour chaque échantillon expérimental, une géométrie numérique et un maillage par éléments finis tétraédriques ont été réalisés par le biais du logiciel de maillage GMSH (Geuzaine, 2009). La zone d'intérêt, de 600 pixels par 300 pixels, a été définie de manière automatique au centre de l'image pour éviter les effets de bords. Une détection de contour a ensuite été réalisée par le biais d'un script *python 2.7* utilisant la librairie d'analyse d'image *Open cv*. Cette détection de contour permet d'identifier la position de chaque lumen présent dans la zone d'intérêt. Finalement, un maillage par éléments finis tétraédriques est réalisé basé sur la géométrie précédente (Fig. 1). Cette technique permet l'identification des nœuds de chaque contour (contour global et cellule), ce qui permet de suivre l'évolution de l'aire des cellules.



Corrélation d'image et obtention du champ de déformations

Afin d'identifier le champ de déformations des échantillons, une technique de corrélation d'image numérique itérative a été écrite dans le langage de programmation *python 2.7*. Pour chaque échantillon, un ensemble de 60 images ont été analysées avec un nombre de 3480 ± 1427 points de corrélation correspondant aux nœuds du maillage précédemment définis. Pour chaque point de corrélation, un « subset » de 100×100 pixels² est recherché dans une zone de recherche de 200×200 pixels² afin d'en identifier le déplacement.

Le champ de déformations est obtenu en appliquant un déplacement à chaque nœud, tout en utilisant une technique de filtrage comme proposé par (Wattrisse, 2001), pondéré par le déplacement des nœuds adjacents. Les déformations sont calculées à chaque point de Gauss des éléments tétraédriques, à travers les dérivées des fonctions de formes utilisées en éléments finis, puis extrapolées aux nœuds. Cette technique permet de suivre l'évolution locale des déformations mais aussi les variations globales de l'échantillon numérique. Enfin, un script *python 2.7* permet la lecture du fichier de maillage afin d'ordonner les nœuds de chaque contour (le contour global et ceux des lumens) et ainsi suivre l'évolution de l'aire du tissu et des lumens au cours du phénomène de gonflement.

Résultats et discussions

L'ensemble des champs de déformations des 81 éprouvettes analysées présente un champ de déformation hétérogène tant dans la direction radiale que dans la direction tangentielle (Fig. 2). L'analyse au cours du temps des champs de déformations et de l'aire globale des échantillons permet d'observer que la cinétique et le degré de gonflement varient en fonction du rapport volumique eau-solvant (Fig. 3).

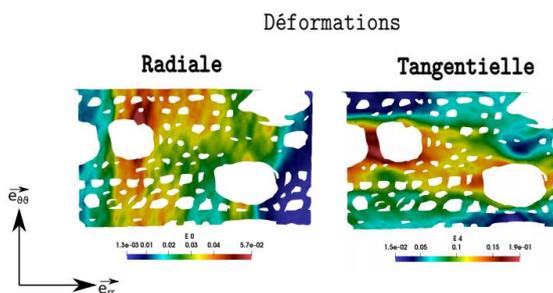


Fig. 2: Champs de déformations radiale et tangentielle pour une éprouvette mise en présence d'un solvant mixte Eau-DMF (75%-25%)

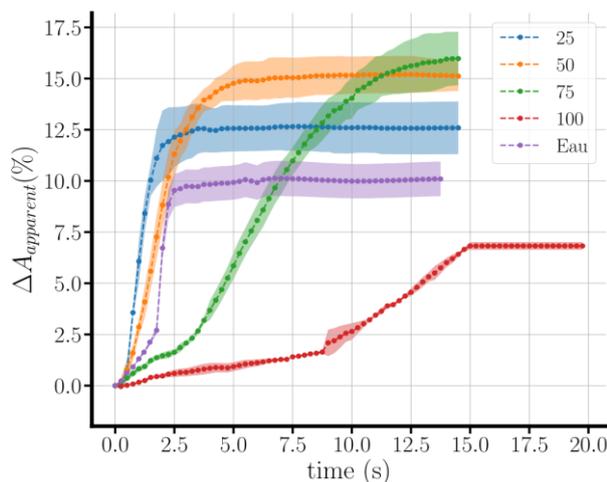


Fig. 3: Evolution au cours du temps de la variation d'aire apparente des échantillons soumis à différents mélanges volumique eau / DMF.

On remarque que l'ensemble des solvants mixtes génère un gonflement plus important que pour les solvants purs [Fig. 4]. Le solvant mixte acétonitrile - eau (25 %-75 %) présente la variation d'aire la plus importante (19 % d'augmentation) alors que l'isopropanol pur génère une légère contraction de l'échantillon de l'ordre de 1,5 % qui est probablement lié à la déshydratation de l'échantillon en présence d'isopropanol (Fig. 4). La variation d'aire apparente est supérieure de 5 % à la variation d'aire du tissu, mettant en évidence l'impact de l'organisation structurale du bois sur le gonflement apparent.(Fig. 5). Enfin, il est à noter que l'aire des lumens augmente au cours du temps.

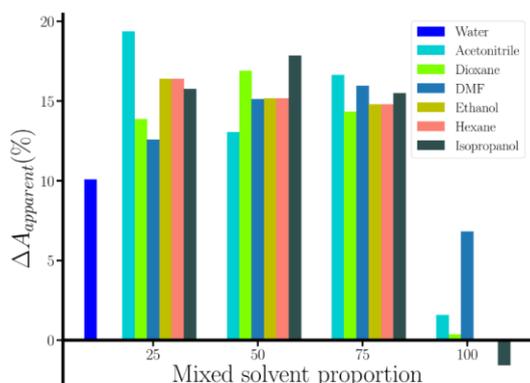


Fig 4 : Variations d'aire apparente pour les différents solvants mixtes et purs.(%)

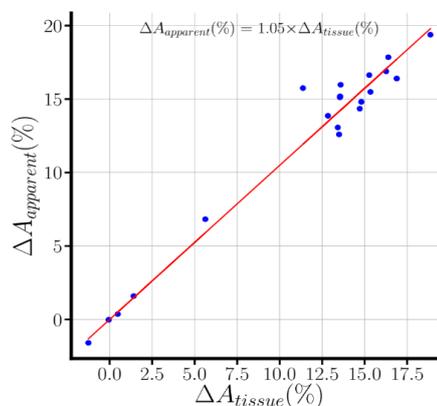


Fig 5 : Variations d'aire apparente en fonction de la variation d'aire du tissu.

Conclusion et perspectives

L'étude en microscopie optique de coupe de peuplier en présence de différents solvants mixtes a permis de suivre l'évolution du gonflement du tissu et de l'échantillon grâce à l'analyse d'image. Le gonflement est toujours plus important en présence de solvants mixtes qu'en présence de solvants purs. Une relation linéaire entre le gonflement global de l'échantillon et le gonflement du tissu a été mise en évidence. Le travail à venir consiste à quantifier les vitesses de gonflement ainsi qu'à identifier l'origine des différences de gonflement entre les différents solvants et concentrations.

Références

Bossu, J., Beauchêne, J., Estevez, Y., Duplais, C., & Clair, B. (2016). New Insights on Wood Dimensional Stability Influenced by Secondary Metabolites: The Case of a Fast-Growing Tropical Species *Bagassa guianensis* Aubl. *PLoS one*, *11*(3), e0150777.

Bossu, J., Le Moigne, N., Corn, S., Trens, P., & Di Renzo, F. (2018). Sorption of water-ethanol mixtures by poplar wood: swelling and viscoelastic behaviour. *Wood science and technology*, *52*(4), 987-1008.

Derome, D., Griffa, M., Koebel, M., & Carmeliet, J. (2011). Hysteretic swelling of wood at cellular scale probed by phase-contrast X-ray tomography. *Journal of Structural Biology*, *173*(1), 180-190.

Engelund, E. T., Thygesen, L. G., Svensson, S., & Hill, C. A. (2013). A critical discussion of the physics of wood-water interactions. *Wood science and technology*, *47*(1), 141-161.

Geuzaine, C., & Remacle, J. F. (2009). Gmsh: A 3-D finite element mesh generator with built-in pre-and post-processing facilities. *International journal for numerical methods in engineering*, *79*(11), 1309-1331.

Gustavsson, L., Madlener, R., Hoen, H. F., Jungmeier, G., Karjalainen, T., Klöhn, S., ... & Spelter, H. (2006). The role of wood material for greenhouse gas mitigation. *Mitigation and adaptation strategies for global change*, *11*(5-6), 1097-1127.

Lippke, B., Wilson, J., Meil, J., & Taylor, A. (2010). Characterizing the importance of carbon stored in wood products. *Wood and Fiber Science*, *42*, 5-14.

Gustavsson, L., Pingoud, K., & Sathre, R. (2006). Carbon dioxide balance of wood substitution: comparing concrete-and wood-framed buildings. *Mitigation and adaptation strategies for global change*, *11*(3), 667-691.

Murata, K., & Masuda, M. (2001). Observation of microscopic swelling behavior of the cell wall. *Journal of wood science*, *47*(6), 507-509.

Pan, B., Qian, K., Xie, H., & Asundi, A. (2009). Two-dimensional digital image correlation for in-plane displacement and strain measurement: a review. *Measurement science and technology*, *20*(6), 062001.

Steffen, W., Broadgate, W., Deutsch, L., Gaffney, O., & Ludwig, C. (2015). The trajectory of the Anthropocene: the great acceleration. *The Anthropocene Review*, *2*(1), 81-98.

Wattrisse, B., Chrysochoos, A., Muracciole, J. M., & Némot-Gaillard, M. (2001). Analysis of strain localization during tensile tests by digital image correlation. *Experimental Mechanics*, *41*(1), 29-39.

A06: Wood density of the monumental olive and ancient cedar trees in Lebanon

TABAJA Nagham^{1,2,3}, CHALAK Lamis², RUELLE Julien³, TOUCHAN Ramzi⁴, BENTALEB Ilham¹

¹Institut des Sciences de l'Evolution de Montpellier (ISEM) UMR 5554, Montpellier University, Montpellier, France

²Faculté d'Agronomie, Département de Production Végétale, The Lebanese University, Beirut, Lebanon

³Plateforme de Recherche et d'Analyses en Sciences de l'Environnement (PRASE), Ecole Doctorale en Sciences et Technologie, The Lebanese University, Hadath, Lebanon

⁴INRA, Forest Resources Research Laboratory (LERFoB), Nancy, France

⁵Laboratory of Tree-Ring Research, University of Arizona, Tucson, USA

nagham.tabaja@etu.umontpellier.fr

Mots clefs : Monumental olive trees (*Olea europaea* L.) ; old cedar tree (*Cedrus libani* A. Rich); x-ray microdensitometry ; wood density ; tree rings

Context and objectives

Tree rings provide a valuable natural archive to trace the physiological changes on timescales of decades to centuries or longer. Potentially, physiological responses can provide a crucial source of information on the influence of climate and environment condition and anthropogenic pressures on tree growth (Vaganov et al., 2006). Distinct annual tree-ring growth has long been used as a climate proxy record (Speer, 2010). In addition to total ring-width growth, sub-annual ring measurements such as proportion of earlywood and latewood or wood density can provide additional and more detailed information (Buntgen et al., 2010). In order to extract such data, x-ray microdensitometry based methods are widely used and it is today admitted that the use of x-rays is the reference method for measuring wood density. Among the Mediterranean vegetation, olive trees (*Olea europaea* L.) and cedar trees (*Cedrus libani* A. Rich.), are significant symbols of the Mediterranean basin, with the former considered among the oldest trees in the Mediterranean basin (Blondel *et al.* 2010). In Lebanon, monumental olive trees, as well as old cedar trees, have continued to survive at diverse altitudes. This not only stands as a testament to the long history of these trees in the country but also serves as an important socio-economic role.

Material and methods

Here we present one of our methodologies used as a proxy, x-ray microdensitometry, and other proxies that will be used in relation with microdensitometry, in the frame of a PhD focusing on olive and cedar trees.

- Site Selection

In this study, two ancient olive groves are selected, Bchaaleh village (1300m-North), Kawkaba (672m-South), where several centennial olive trees continue to survive. Meanwhile, one site of cedar trees, Maasser El Chouf (1700m-Mount Lebanon) was selected.



Fig. 1 : Site selection for olive groves and cedar trees in Lebanon

- **Trees selection**

A thorough sampling procedure was conducted over the three selected sites, with a total of 212 cores collected from the base of 32 centennial olive trees (6 cores/tree) and at chest height of six young trees (3 cores/tree), using an electric drill due to the hardness of the olive wood (Figure 2). While 21 cedar wood cores were extracted at chest height of eight cedar trees (3 cores/tree) using a 40 and 80 cm increment borer (Table 1).



Fig. 2 : Sampling of wood cores

Tab. 1 : Wood cores sample collection-March – May 2019

Site	Centennial Trees	Young Trees
Bchaaleh (Olive)	96	9
Kawkaba (Olive)	98	9
Maasser El Chouf (Cedar)	21	0
Total	215	18

- Wood cores x-ray microdensitometry

We selected 29 wood cores for x-ray densitometry analysis to study the wood structures. The selection made took into consideration the length of the core and the least possible broken cores to ensure getting the most possible data in range.

- Dendrochronology

A selection of 12 cedar and three olive wood cores were prepared for tree ring reading and scanning using Coorecorder, CDendro 8.1 and TSSAPWIN, to evaluate the age of the represented trees (Figure 3). On another level, a comparison of the climatic data constructed by Dr. Ramzi Touchan on the dendrochronology of cedar trees and tree ring data, can be used for calibration and as a control subject for the olive trees, in order to reconstruct the undetectable olive wood cores.



Fig. 3 : Cedar (a) and olive (b and c) wood cores prepared for dendrochronology

- Radiocarbon dating

A total of 39 wood core samples from the monumental olive trees and cedar trees were taken from the oldest part of the core, and were sent for carbon 14 dating. Further samples from the same cores at two other different points have been prepared for analysis.

Expected results

Cedar trees are useful archives in dendrochronology, hence it is expected to show good relationship between wood density, annual tree rings and climate reconstructed by dendroclimatology calibrations in Eastern Mediterranean basin.

The results of the dendrochronology work done on cedar trees, were cross dated with a Master chronology from the same site (Maasser El Chouf) to conclude the age of the selected cores ranging between the year 1757 to 2018, with a maximum age of 261 years among the cored trees.

It is in a second step hypothesized that density change along the olive wood cores is a good proxy for identifying annual growth lines, as it is the case for cedar trees, taking into consideration that the rings are not clearly visible in the olive wood cores and that we expect to observe the radial variation of density more than the parameters usually obtained using this technique (Figure 4). To test this hypothesis, radiocarbon activity analysis made at three equidistant positions of the young olive tree wood cores, counts of the growth line structures and age derived by allometric method will be compared. Hence the time span, number of years between the Minimum and Maximum C14 age, will help calculate the temporal length of olive tree rings. Where the interval of one ring = ((Number of years = $C14_{max} - C14_{min}$) / number of rings).

This knowledge on interspecies wood density variations and calibration with climate parameters will be applied to the older individuals.

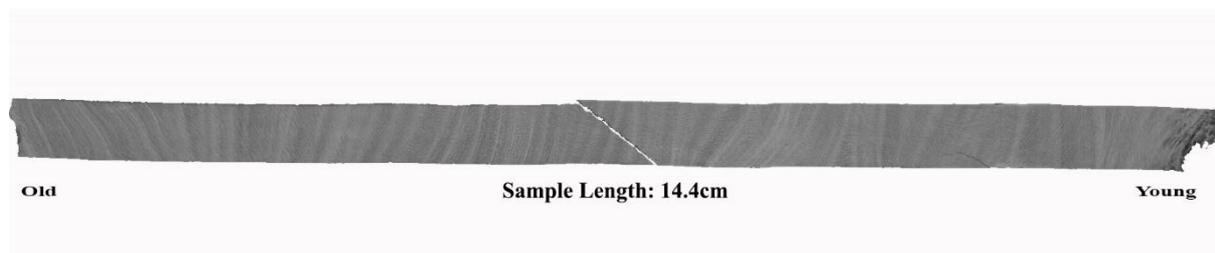


Fig. 4 : Example of a radiographic image of an olive wood core sampled from Kawkaba site.

Acknowledgements

The authors would like to acknowledge the National Council for Scientific Research of Lebanon (CNRS-L) for granting a doctoral fellowship to Nagham Tabaja.

References

- Blondel J, Aronson J, Bodiou J-Y, Bœuf G (2010) *The Mediterranean region: biological diversity in space and time*, 2nd edn. Oxford University Press, Oxford
- Buntgen U, Frank D, Trouet V, Esper J. (2010). Diverse climate sensitivity of Mediterranean tree-ring width and density. *Trees* 24: 261–273.
- Speer JH (2010) *Fundamentals of tree ring research*. University of Arizona Press, Tuscon.
- Vaganov E, Hughes M, Shashkin A. (2006). *Growth dynamics of conifer tree rings. Images of past and future environments*. Berlin: Springer-Verlag.

A07 : Master Sciences du Bois : quelle formation pour les futurs chercheurs ?

BURGERS Agnès¹, MONTERO Cédric¹, HEINZ Christine², THEVENON Marie-France³,
MARCHAL Rémy⁴, BRILLARD François⁵, BARDET Sandrine¹, CLAIR Bruno¹

¹LMGC, Université de Montpellier, CNRS,

²UMR AMAP, Université Montpellier, Cirad, CNRS, Inra, IRD,

³Cirad, UPR BioWooEB,

⁴LaBoMaP, ENSAM Cluny,

⁵Alpes Contrôles,

agnes.burgers@umontpellier.fr

Mots clefs : Formation ; Master ; interdisciplinaire ; sciences du bois ; compétences ; savoirs

Contexte et Objectifs

Lors de la dernière réunion du GT « Enseignement à/par la Recherche en Sciences du Bois » aux journées scientifiques du GDR Sciences du Bois en novembre dernier à Cluny, il a été débattu de la nécessité de voir se monter un ou des masters pluridisciplinaires en sciences du bois. A la suite de cette rencontre un collectif de 19 chercheurs du site montpelliérain ont répondu à un appel à projets "Innovation pédagogique" de l'i-site MUSE « Montpellier Université d'Excellence » et ont obtenu un soutien financier pour le montage d'un master pluridisciplinaire en Sciences du Bois. Ce financement a permis le recrutement d'une coordinatrice pédagogique à mi-temps pendant un an.

L'objectif est de créer une formation de Master en 2 ans à l'Université de Montpellier, pour former des spécialistes du bois, pluridisciplinaires, ayant une vision d'ensemble, de l'arbre aux usages (matériaux et molécules). Les jeunes diplômés devront être en mesure de répondre aux besoins de recherche, développement et innovation de la filière bois.

Bien que cette action soit actuellement menée sur le site montpelliérain, l'enjeu de formation en sciences du bois est national. La présentation de ce projet de master aux journées du GDR Sciences du Bois permettra d'échanger sur les attentes de la communauté vis à vis de la formation des jeunes chercheurs et de mieux y répondre. Cet espace de discussion sera également l'occasion de nouer des partenariats autour de la formation et de construire cette formation en cohérence avec l'ensemble des acteurs de l'enseignement recherche en sciences du bois.

Matériel et Méthode

Description de la formation

Le master Sciences du Bois se veut résolument interdisciplinaire. Le bois y sera abordé depuis sa formation dans l'arbre jusque dans ses usages en matériaux ou molécules, mettant en œuvre des compétences en biologie, écologie, chimie, physique, mécanique, génie civil et génie des procédés.

Le master sera ouvert aux étudiants de licence ayant des bases solides dans au moins un des trois grands champs thématiques des sciences du bois : biologie végétale, chimie organique,

physique et mécanique des matériaux.

Les débouchés envisagés sont les métiers de la recherche, les postes de cadres dirigeants et R&D dans les entreprises de première et seconde transformation (scierie, fabrication de panneaux, ameublement, structure, construction, papeterie, industrie pharmaceutique, etc.), et les collectivités territoriales, notamment parmi les nombreuses communes forestières d'Occitanie qui cherchent à valoriser leur patrimoine forestier.

La formation devrait démarrer en septembre 2021 pour accueillir 20 étudiants en première année de master, puis 20 étudiants par an et par niveau (master 1 et master 2) les années suivantes. Une partie des étudiants pourra suivre le cursus en apprentissage.

Le poster

L'idée pour ces journées du GDR Sciences du Bois est de proposer un poster collaboratif afin de recueillir les idées de chacun. L'emplacement du poster sera un lieu d'échange sur les savoirs et compétences attendus dans la formation de master, en fonctions des différentes disciplines des sciences du bois.

Résultats

Le résultat des échanges et discussions sera pris en compte pour élaborer la maquette de cette nouvelle formation. Ces retours sur les attendus de la communauté du GDR sur la formation serviront également de base pour nourrir les échanges du GT dédié.

Conclusion et perspectives

La démarche entreprise dans la création de ce master se veut collaborative afin de répondre au mieux aux besoins spécifiques des sciences du bois. Cette formation pluridisciplinaire, dans l'esprit du GDR, est complémentaire à d'autres initiatives en construction, qui sont appelées à s'organiser progressivement en réseau. Ce dernier point est un des sujets qui sera traité par le GT « Enseignement à/par la Recherche en Sciences du Bois ».

Remerciements

Le projet de Master Sciences du Bois est réalisé avec le soutien de l'i-site MUSE « Montpellier Université d'Excellence »

A08: Structure/properties relationships of time-dependent behavior of wood – from understanding mechanisms to determining predictive indicators

HSIEH Tai-Yun, MONTERO Cédric, BARDET Sandrine

Laboratoire de Mécanique et Génie Civil (LMGC)
tai-yun.hsieh@etu.umontpellier.fr

Mots clefs : wood ; time-dependent behavior ; rheology ; longevity

Context and objectives

Observing the beams of an old floor that has been bent over time can lead us to wonder if the deformation is still occurring? Or if it has reached a limit state? If even sometimes if the floor will hold the loads? Even if many structures of our heritage show us that wood can resist in the long term, the evolution of its deformation remains an open question with important issues. Beyond civil engineering and wood construction requirements in serviceability, this question stands also for applications of engineering products based on solid wood, wood-based panels in the cultural heritage, or also wood for instruments making.

The expression of the delayed behavior is a determining factor in the longevity of wood for the majority of its structural uses. However, this evolution of the behavior of the wood material over time is expressed in very diverse ways, depending on the orientation of the mechanical loadings on the material, the surrounding hygro-thermal climate, the species diversity or the quality of the wood, etc. Even if many applications demonstrate the mechanical strength of the wood, it is still difficult to have a detailed predictive approach to delayed behavior, particularly because of the lack of description of the (micro)structure/properties relationships that can be observed in the different woods.

The objective of the thesis will be to strengthen our understanding of the origin of delayed wood behavior and to identify physico-mechanical parameters at different structural scales of wood, at different description times, and different conditions of temperature and humidity.

The study will be carried out on a large multi-criteria sampling and experimental campaigns in order to quantify the role of micro-structural parameters and to implement some rheological models that predict the observed behaviors.

The work will be focus on the following tasks :

Task 1: Identify the mechanisms and develop rheological models at micro-structural scales.

Task 2. Highlighting the rheological behavior of woods through various methods, including vibration, dynamics and statics.

Task 3. Conduct comparative statistical analyses to identify predictive indicators.

Material and methods

First, a literature review will be done to highlight relevant hypothesis at micro-structural scale. The experimental results on time-dependent behavior will be collected. A database tool can be provided containing all meta-data information of references and numerical data-sets. In this tool, we will collect for example specimen size, wood species, orientation, environmental conditions of temperature and relative humidity history, loading history, etc. This tool will be

helpful to perform comparative studies of literature experiments and optimize some long and sensitive experimental campaigns. For example, some authors provide some results as the relative deflection of creep experiments as others are providing the strain or the compliance. With this data-set analysis we will try to harmonize the experimental results in a common mechanical framework. Within this framework we should be able to outline some micro-mechanical contribution of material parameters such as density for example.

Secondly some rheological approach will be developed and tested on various experimental data from the database. Usually the rheological models are developed onto a small data amount from a few hygro-mechanical histories and/or specimens. Here the multiplicity of the data-sets will allow to discuss the robustness of the models developed.

Then some experimental campaigns will be done. To do so, a four-point bending device has been designed to test small specimens of 150 mm x 12 mm x 2 mm (Fig. 1).

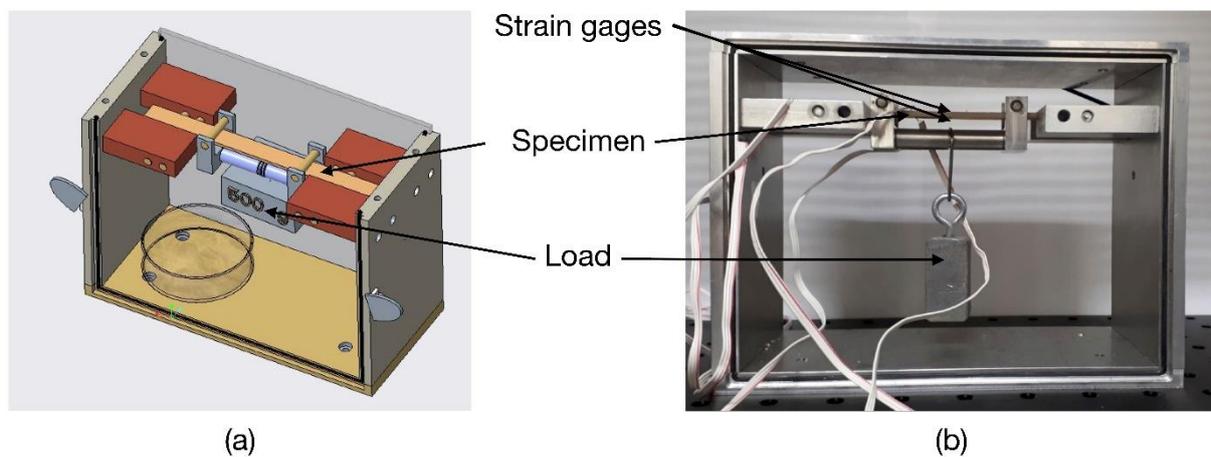


Fig. 1 : CAD model of the designed creep box (a) and aluminum-based first prototype (b)

Preliminary information on the specimens will be quantified by non-destructive methods. Under free-free vibration condition, the specific modulus and damping coefficient can be measured (Brémaud, 2011). Moreover, by X-ray diffraction, average microfibril angle (MFA) and grain angle can be measured (Montero et al., 2012). In addition various laboratory methods will be used to measure some mechanical properties and hygroscopic descriptors of the specimens. Then the creep test will be done. The four-point bending creep box will be placed in a climatic chamber with a temperature and relative humidity controlled environment. The moisture content of the specimen will be monitored. Strain gages would be placed to record information at the tension and compression side by adhesive. The creep test will be under a constant or changing environment with an elastic stress level.

A final step will be to try to find out some descriptors in order to predict the time-dependent behavior based on elementary information. We will try out to link for example the damping information to a particular time or strain level.

Results and discussion

The results of this PhD program will allow to handle some time-dependent data-set in a more constructive way to experiment rheological models. Then some models of creep would be constructed including the factor of temperature, moisture content, micro- and macro-structure of wood and so on. The main factor will be determined after the database tool constructed. The model can be separated into different parts including elastic part, which can be fully recovered;

plastic part, which cannot recover; hydro-expansion part, which is caused by absorption or desorption under unloading situation; visco-elastic part, which is time-dependent behavior; and mechano-sorptive part, which would present under loading at both absorption and desorption. (Hassani et al., 2015). Visco-elastic part, which is the main time-dependent part, can be represented by Kelvin body (Bodig and Jayne, 1982). The discussion of the repartition of the material response to coupled solicitation will be possible on various experimental data. In addition a specific focus will be done in the material parameters to discuss some rheological hypothesis of wood.

Conclusion

During this PhD, we will focus on the description of time depend behavior with a specific focus on the material origins of these phenomenons and on the rheological description adapted to these materials parameters. We also hope to find out some descriptors of the time-dependent behavior of the wood reachable by non-destructive measurements. With this approach we will improve our knowledge on this phenomenon and on the description of in-life use of wood materials.

Acknowledgments

This work has been realized in the French National Research Agency (ANR) through EFEUR5 project. The authors would like to express appreciation to the ANR for its financial support. The authors would also like to thank Sylvain Comte for the design of the experimental set-up during his internship with the help of Gille Camp and Yvan Duhamel.

References

- Brémaud, I., El Kaïm, Y., Guibal, D., Minato, K., Thibaut, B., & Gril, J. (2012) Characterisation and categorisation of the diversity in viscoelastic vibrational properties between 98 wood types. *Annals of Forest Science*, 69(3), 373-386.
- Bodig, J., & Jayne, B. A. (1982), *Mechanics of wood and wood composites*, vol. 712, New York: Van Nostrand Reinhold, 176-229.
- Hassani, M. M., Wittel, F. K., Hering, S., & Herrmann, H. J. (2015) Rheological model for wood. *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*, 283, 1032-1060.
- Montero, C., Gril, J., Legeas, C., Hunt, D. G., & Clair, B. (2012) Influence of hygromechanical history on the longitudinal mechanosorptive creep of wood, 757-764.

A09 : Approche scientifique des bois précieux à fil non droit choisis en artisanat : description optique et structurale des bois figurés en vue de comprendre leur apparence visuelle

HU Hsien-Tsung^{1,5}, CABROLIER Pierre^{1,2}, ALMERAS Tancredi¹, GRIL Joseph^{3,4},
LANGBOUR Patrick⁵, BREMAUD Iris¹,

¹Equipe BOIS, LMGC, CNRS, Univ. Montpellier

²In the way from wood science to becoming craftsman

³ Université Clermont-Auvergne, CNRS, Institut Pascal, Sigma Clermont, Clermont-Fd

⁴ Université Clermont-Auvergne, INRA, PIAF, Clermont-Fd

⁵BioWooEB, CIRAD, Montpellier

hsien-tsung.hu@umontpellier.fr

Mots clefs : Bois figuré ; Réorientations du fil ; Optique ; Apparence visuelle ; Artisanat

Contexte et objectif

Le bois est largement utilisé par l'humain depuis des milliers d'années. Dans la plupart des travaux scientifiques récents, liés au point de vue d'ingénierie, on considère qu'il s'agit d'un bois à fil droit (le terme « fil » étant considéré comme l'orientation globale des fibres du bois), alors qu'un bois à fil non droit est considéré comme un défaut selon ce point de vue. Cependant, un morceau de bois avec un fil parfaitement droit est pratiquement inexistant dans la nature. Il peut s'agir de déviations locales de fil, occasionnelles, mais il existe aussi plusieurs modèles spécifiques d'organisation et de réorientation du fil dans les arbres. Leurs fibres s'alignent en un motif apparemment systématiquement périodique, tel que fil ondulé, pommelé, tors, contrefilé, en indentations ou cannelures des cernes sur le rayon, et parfois différents modèles se mélangent. Après la coupe, selon le plan de débit, les fibres sont coupées en biais et donnent ensemble une apparence visuelle attrayante et recherchée (Baumer 1952 ; Beals and Davis, 1977 ; Nakamura *et al.*, 2010 ; Kato and Nakamura, 2016).

Lorsque l'angle de la lumière change, le contraste provoqué par les différentes orientations des fibres coupées (hors plan), montre des régions claires et sombres alternant dans la direction longitudinale (bois ondulé par ex.) ou radiale (bois contrefilé par ex.). Lorsque le faisceau lumineux est perpendiculaire à la section de la fibre, il est piégé dans le lumen de la cellule montrant ainsi une région plus sombre, tandis qu'une fibre non tranchée, c'est-à-dire parallèle à la surface, réfléchira la lumière puisque celle-ci se réfléchira surtout sur les parois des cellules (Shen *et al.*, 2000 ; Liu and Lin, 2016 ; Sugimoto *et al.*, 2018). Cet effet se produit également lorsque l'angle du faisceau lumineux n'est pas perpendiculaire à la surface, ce qui fait que des angles d'éclairage différents montreront également une réflexion plus claire ou plus foncée.

Les artisans choisissent les bois selon des critères venant d'un héritage de savoirs issu de leur formation, de leur expérience personnelle et de la communication avec l'expérience d'autres artisans. Leur sélection peut inclure plusieurs critères ; par exemple, l'espèce, la provenance géographique, les propriétés physiques, la méthode de débit, et l'apparence. Les éléments cellulaires contribuent à l'apparence visuelle du bois : de par la répartition des différents types de tissus d'une part (on parle alors de « figure » ou « grain » du bois), de par les ré-orientations des cellules (notamment fibres ou trachéides) dans les « bois figurés ». (Tiffany, 1908 ; Baumar. 1952 ; Beals and Davis, 1977). D'un point de vue mécanique, c'est lorsque les fibres sont alignées avec la direction longitudinale (= dans le repère macroscopique du tronc ou d'une planche) que les propriétés élastiques et de résistance sont maximales. Les différentes grandeurs

de réflexion de la lumière proviennent de l'orientation des fibres, ce qui renvoie aussi aux propriétés mécaniques et physiques (Alkadri *et al.*, 2018). L'apparence visuelle pourrait-elle être, pour les artisans, non seulement un critère qui relève de l'esthétique, mais aussi un indicateur indirect de propriétés mécaniques (Carlier *et al.*, 2018) ?

Expérimentation préliminaire en cours

Afin d'étudier la relation entre l'angle de la lumière et l'orientation des fibres, une expérience préliminaire a été menée. Le plan d'expérimentation optique est présenté sur la figure suivante (Fig. 1). Une caméra fait la mise au point sur le milieu de l'échantillon. L'angle d'incidence de la lumière est modifié de manière hémisphérique par rapport au centre de l'échantillon, de manière isométrique.

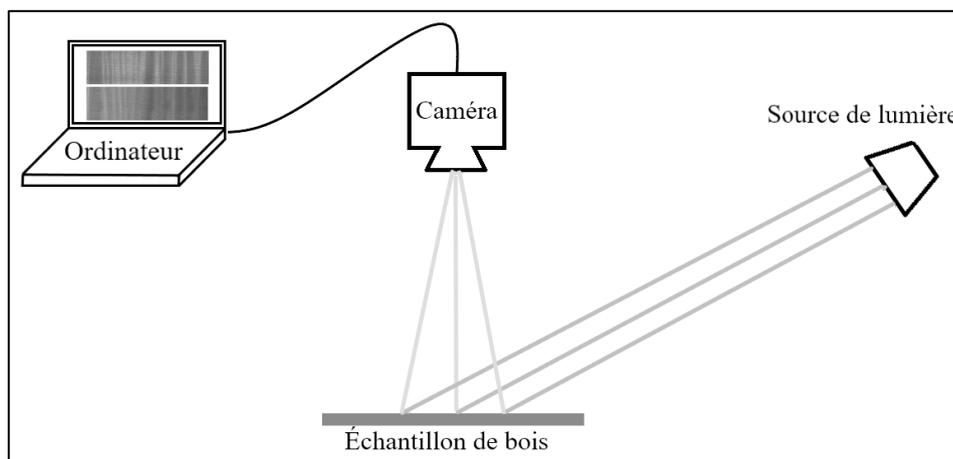


Fig. 1 : La configuration du plan expérimental.

Au fur et à mesure que l'angle de la lumière est changé, la surface présente des entrelacs différents de la réflexion. Les zones sombres indiquent la pénétration du faisceau lumineux tandis que les zones brillantes réfléchissent le faisceau lumineux hors de la surface (Fig. 2).

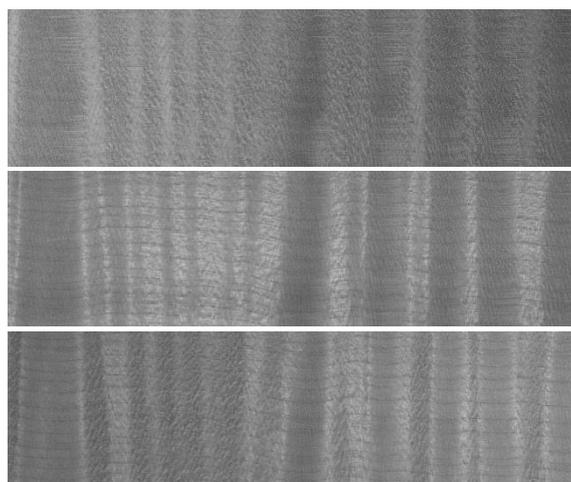


Fig. 2 : Visualisation d'une même zone de bois ondé : le changement de l'angle de lumière donne un contraste différent et une réaction de réflexion / pénétration différente.

Modélisation géométrique

Afin d'étudier les structures possibles du bois figuré, un modèle mathématique est proposé pour décrire l'orientation des fibres (Eq. 1). Ce modèle décrit la trajectoire sinusoïdale d'une fibre virtuelle de longueur infinie de coordonnée moyenne tangentielle/radiale (P) en fonction de la position longitudinale (L).

$$g(P, L) = P + a(P) \sin\left(2\pi \frac{L}{S_L} + bP\right) \quad \text{Eq. 1}$$

Où les symboles représentent :

$g(P, L)$: Coordonnée tangentielle/radiale de la fibre

L : Coordonnée longitudinale

P : Coordonnée tangentielle/radiale moyenne de la fibre

$a(P)$: Amplitude des oscillations

S_L : Période longitudinale des oscillations

b : Déphasage des oscillations

Le modèle prend en compte une variation de l'amplitude des oscillations en fonction de la position tangentielle/radiale moyenne de la fibre :

$$a(P) = c + d \times \sin\left(2\pi \frac{P}{S_P}\right) \quad \text{Eq. 2}$$

Avec :

c : Amplitude moyenne des oscillations

d : Variation tangentielle/radiale d'amplitude des oscillations

S_P : Période tangentielle/radiale des variations d'amplitude

Les paramètres doivent répondre à la condition suivante pour ne pas laisser les lignes se croiser :

$$-\frac{1}{\max(|c-d|, |c+d|)} < b < \frac{1}{\max(|c-d|, |c+d|)} \quad \text{Eq. 3}$$

On peut voir l'application de l'équation qui montre différents alignements et changements de phase (Fig. 3).

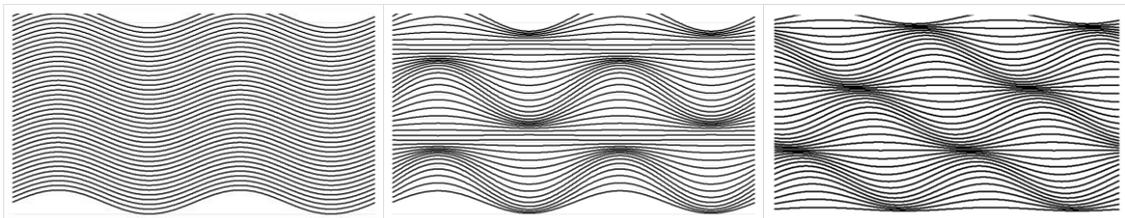


Fig. 3 : Représentations mathématiques possibles du bois figuré en fonction des paramètres du modèle. Sur le côté gauche : un motif sinusoïdal régulier ($b = 0$, $d = 0$) ; au milieu, variations tangentielles/radiales de l'amplitude des oscillations ($b = 0$, $d \neq 0$) ; sur le côté droit, modèle général avec changement de phase ($b \neq 0$, $d \neq 0$).

Plan de travail supplémentaire

L'expérimentation optique préliminaire suggère qu'on puisse relier les images aux orientations. Les travaux suivants de l'expérience se concentreront sur la mise en place de l'instrumentation, sur l'étalonnage et sur le calcul par logiciel. La variabilité locale se distingue de la théorie. La diversité et la variabilité des bois restent l'incertitude majeure à évaluer avec cette méthode, il est donc nécessaire de tester d'autres échantillons de différentes espèces, d'autres modèles de figure et de configurer l'instrument.

Afin de tester la faisabilité de cette méthode optique pour évaluer les orientations du fil, il est nécessaire de caractériser la structure de l'échantillon de bois. Des mesures de réorientation des fibres seront effectuées par fendage, et potentiellement par microscopie optique et microtomographie aux rayons X.

Les résultats expérimentaux, comme les variations du modèle géométrique, pourront alimenter des simulations actuellement en cours de développement par conception assistée par ordinateur (CAO).

Remerciements

Le doctorant de début de 2^{ème} année, Hsien-Tsung HU, est cofinancé par l'Université de Montpellier et la Région Occitanie.

Références

Alkadri A, Carlier C, Wahyudi I, Gril J, Langbour P, Brémaud I (2018) Relationships between anatomical and vibrational properties of wavy sycamore maple. *IAWA J*, 39(1): 63-86.

Baumer M (1952) A propos des figures du bois. *Bois et Forêts des tropiques*, 24: 233-255.

Beals HO and Davis TC (1977) Figure in wood: An illustrated review. Agricultural Experiment Station/Auburn University, Auburn, Alabama, Bulletin 486, 84pp.

Carlier C, Alkadri A, Gril J, Brémaud I (2018) Revisiting the notion of "resonance wood" choice: a compartementalised approach from violin makers' opinion and perception to characterization of material properties' variability. In: *Wooden musical instruments - Different forms of knowledge*, Pérez MA and Marconi E (Eds.), Book of end of WoodMusICK, COST Action FP1302, pp 119-142.

Kato M and Nakamura M (2016) Relationships between reflection properties and visual attractiveness of fiddleback figures: Evaluation with eye tracking and image analysis. *木材学会誌*, 62(6): 284-292.

Liu C-Y and Lin S-H (2016) Characterizing surface of wood laminates by out-of-plane polarimetric light-scattering measurement. *Optik*, 127(2016): 2346-2353.

Nakamura M, Matsuo M, Nakano T (2010) Determination of the change in appearance of lumber surfaces illuminated from various directions. *Holzforschung*, 64: 251-257.

Shen J, Zhou J, Vazquez O (2000) Experimental study of optical scattering and fiber orientation determination of softwood and hardwood with different surface finishes. *Appl Spectrosc*, 54(12): 1793-1804.

Sugimoto H, Kawabuchi S, Sugimori M, Gril J (2018) Reflection and transmission of visible light by sugi wood: effects of cellular structure and densification. *J Wood Sci*, 64: 738-744.

Tiffany F (1908) Figure in wood. *J Roy Soc Art*, 56(2919): 1034-1036.

A10 : Variations du diamètre des vaisseaux du bois initial de *Quercus petraea* Liebl en fonction des dimensions des arbres et de l'altitude

TAUPIN Amélie¹, HARROUE Maryline², KERFRIDEN Baptiste¹, LACARIN Maxime¹,
MOLA Charline², ROSE Christophe², LEBAN Jean-Michel¹

[1] INRA BEF, FNB, [2] INRA Sylva, Xylosciences
amelie.taupin@inra.fr

Mots clés : vaisseaux ; chêne sessile ; MEB ; diamètre ; dimension ; altitude ; modélisation

I - Contexte et objectifs

Le projet XyloDensMap (XDM) repose sur un partenariat entre l'Institut Géographique National, IGN, et l'Institut National de Recherche de l'Agronomie, INRA (Leban et al., 2017). Il vise à établir des estimations de stocks et flux de biomasse et de carbone dans les forêts françaises à partir de mesures de densité du bois réalisées sur les carottes de sondage des campagnes 2016 à 2019. L'objectif du projet XDM est de valoriser le prélèvement des carottes de sondage en organisant leur collecte pour faire des mesures de densité des bois (comptabilité du carbone forestier) et ainsi enrichir l'information forestière. Le projet XDM a permis également la constitution d'une xylothèque de plus de cent mille carottes provenant d'arbres géoréférencés. On dispose également du descriptif des placettes d'inventaire, dont les mesures de dimensions des arbres. Cette xylothèque a vocation à être valorisée, par exemple pour des travaux portant sur le déterminisme environnemental de l'anatomie des bois. L'objectif visé est de produire des informations nouvelles permettant par exemple de contrôler dans les approvisionnements, la variabilité des propriétés d'intérêt. Dans le contexte de ce travail, il s'agit de la mise au point d'une méthodologie pour l'obtention d'images anatomiques à partir de carottes de sondage. Sur ces images, des mesures des dimensions d'éléments anatomiques ont été réalisées. Cette méthode sera ensuite utilisée pour d'autres essences. L'analyse de la base de données du projet XDM permet la sélection d'un nombre réduit de carottes bien positionnées le long des gradients sélectionnés. Le cas d'étude porte sur l'analyse des variations du diamètre moyen des vaisseaux du bois initial du chêne sessile le long d'un gradient environnemental et pour différentes classes de dimensions d'arbres, potentiellement, exploitées par l'industrie.

II - Matériels et méthode

Les mesures disponibles

Les mesures de terrain faites par les équipes de l'inventaire forestier national portent sur l'arbre (identification botanique, hauteur, diamètre à 1,30m, âge), le peuplement (nombre de tiges, surface terrière), le site de la placette d'inventaire (localisation géographique, altitude, réserve utile, type de sol, type de roche, pente du terrain). Dans cette étude, on se focalise sur les 2118 carottes d'âge de chêne sessile qui sont disponibles durant les campagnes de 2016 et de 2017.

Classes d'altitude et de diamètre à 1,30 mètre

L'un des buts de ce travail est l'étude de l'influence de l'environnement et des dimensions des arbres sur les caractéristiques des vaisseaux ; le gradient environnemental choisi est l'altitude. Quatre classes d'altitude ont été définies : A1, inférieur à 200m exclu ; A2, de 200 à 400m exclu ; A3, de 400 à 600m exclu ; A4, supérieure à 600m.

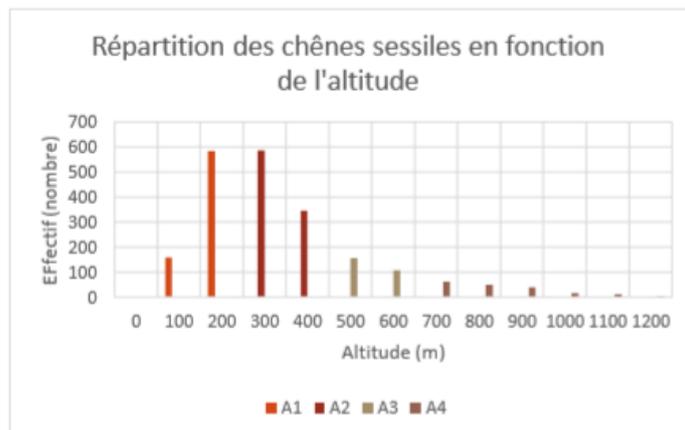


Fig. 1 :

chênes sessiles en fonction de l'altitude

Distribution des

La forme de la distribution de répartition des chênes sessiles en fonction de l'altitude reflète la distribution de cette essence dans les forêts françaises (Fig. 1). Ensuite, trois classes de diamètre ont été définies : D020, diamètre allant de 17,5 à 20 cm exclu ; D040, diamètre allant de 37,5 à 40 cm exclu ; D050, diamètre supérieur à 47,5 à 50 cm exclu. Pour chaque couple de classe altitude-diamètre, 5 échantillons ont été sélectionnés ; ce qui donne 20 carottes par classe de diamètre et 15 par classe d'altitude. Au total, on obtient 59 échantillons puisque seulement 4 carottes d'âge étaient disponibles pour la modalité classe d'altitude la plus élevée et D050. Ce plan d'échantillonnage peut tout de même être considéré comme bien équilibré.

Protocole de préparation des échantillons

Sur les carottes sélectionnées, on prélève un morceau de 2 cm du côté de l'écorce. Compte tenu de la largeur moyenne des cernes du chêne sessile, on s'assure ainsi d'avoir au moins cinq cernes sur chaque morceau. La mesure des dimensions des vaisseaux se fera sur chacun des cinq derniers cernes. A titre conservatoire, on réalise avant la découpe, une radiographie des carottes. On archive ainsi une image RX de la carotte complète. Elle pourra être utilisée si nous devons réaliser des profils micro densitométriques à haute résolution. Les bouts de carotte découpés sont ensuite collés sur des supports rainurés. Cette étape permet le maintien de l'échantillon lors du surfacage et évite les déformations de la carotte lors des imprégnations qui sont nécessaires pour l'étape de préparation des surfaces à observer. Le surfacage des échantillons collés est effectué à l'aide d'un microtome à glissière. Cette étape est très importante puisque la qualité de la surface obtenue (planéité, absence d'arrachements) conditionne la qualité des images qui seront faites. La dernière étape de préparation des surfaces à observer consiste à les recouvrir (quelques nm) d'un élément conducteur (métallisation) afin de pouvoir acquérir des images anatomiques avec un Microscope Electronique à Balayage, MEB, dans les meilleures conditions de résolution et de multi-acquisition. Pour finir, les diamètres des vaisseaux sont mesurés avec ImageJ®, logiciel développé par National Institutes of Health, NIH (Ferreira & Rasband, 2012).

III - Résultats et discussion

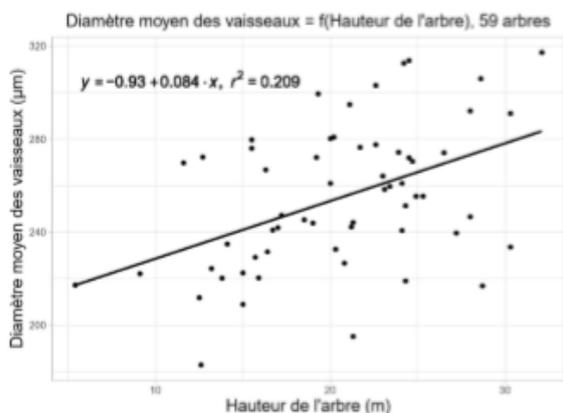


Fig. 2 : Diamètre moyen en fonction de la hauteur

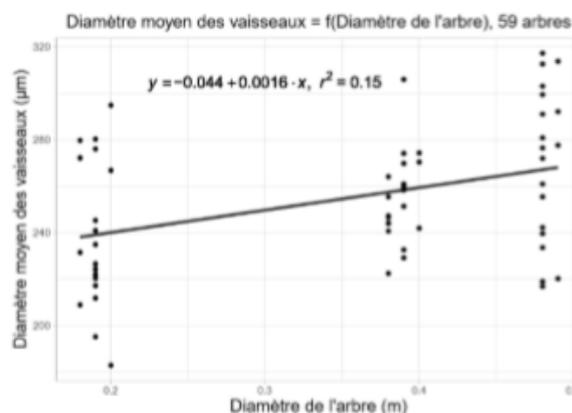


Fig. 3 : Diamètre moyen en fonction du diamètre de l'arbre

Pour chaque cerne, on a mesuré le diamètre de tous les vaisseaux de la zone initiale poreuse et calculé une valeur moyenne par arbre. Sur les figures 2 et 3, un point correspond à un arbre dont la hauteur varie entre 5,4 et 32,1 mètres. Sur la figure 2, on voit une relation linéaire, avec une pente positive significative ($P < 0,01$) entre le diamètre moyen des vaisseaux et la hauteur totale de l'arbre. Au-delà de cette tendance moyenne, qui explique 20,9% de la variance, nos mesures montrent une variabilité intra-arbre très élevée. Au sein d'un arbre, une amplitude du diamètre moyen, d'environ 200 μm , apparaît (résultats non montrés ici). La figure 3 fait apparaître une relation positive significative entre le diamètre moyen des vaisseaux et le diamètre des arbres ($P < 0,02$). La variation expliquée est de 15% et la variation intra-arbre est forte. Selon les dimensions des arbres, les vaisseaux doivent s'adapter afin d'assurer leur rôle. Par exemple, il y a une corrélation négative entre la conductivité hydraulique et la hauteur de l'arbre : ce phénomène est causé par une augmentation de la résistance et d'un chemin plus sinueux (Rungwattana & Hietz, 2018). Une augmentation du diamètre moyen des vaisseaux avec la hauteur de l'arbre (Fig. 2) est cohérent avec la loi de Poiseuille ; ce résultat a également été observé plus largement pour 200 angiospermes (Martínez-Cabrera et al., 2011). On peut rajouter que la variance intra-arbre reste élevée et elle est la même quelle que soit la hauteur des arbres. Concernant l'impact du diamètre de l'arbre, la relation positive trouvée dans cette étude (Fig. 3) a également été trouvée, chez Olson et Rosell dans le cas des angiospermes (2013). Le diamètre des vaisseaux est lié avec l'efficacité du transport.

Sur la base des mesures réalisées, on propose un modèle permettant de simuler le diamètre des vaisseaux de la zone initiale poreuse du chêne sessile à partir des mesures de dimension des arbres, de leur âge et de l'infradensité de leur bois. Ces variables explicatives étant disponibles pour tous les arbres de la base de données XDM. Le modèle, une régression linéaire multiple, explique 27% de la variation du diamètre moyen. Sa formulation est la suivante : Diamètre moyen des vaisseaux = $112,82 * \text{diamètre de l'arbre (à 1,30 m)} + 1,01 * \text{hauteur de l'arbre} - 0,26 * \text{âge de l'arbre} - 0,13 * \text{infradensité} + 293,76$.

La limite d'utilisation de ce modèle, c'est la proportion importante de variance non expliquée, notamment au niveau intra-arbre. Notons qu'un autre modèle statistique prenant en compte des variables supplémentaires, notamment l'accroissement radial des 5 derniers cernes et la texture

a été étudiés (la texture n'étant pas une variable disponible dans la base de données de XDM). Ce modèle explique 53% de la variabilité du diamètre moyen.

IV - Conclusion et perspectives

Le travail réalisé a permis de mettre au point une nouvelle méthode de réalisation d'images anatomiques de bois à partir de carottes de sondage et d'évaluer avec précision le temps nécessaire à l'obtention des résultats. Cela ouvre la perspective de valoriser de manière non destructive la xylothèque du projet XDM, par l'adjonction de mesures anatomiques aux mesures de densité déjà réalisées. Le choix de l'essence étudiée a été motivé par l'importance du chêne sessile dans nos forêts et par l'intérêt industriel que présente son bois pour l'industrie, tout particulièrement pour la production de merrains. Dans ce contexte, il y a un intérêt à documenter les propriétés du bois par des caractéristiques anatomiques. Les résultats obtenus sont principalement une quantification des effets respectifs de la dimension des arbres sur les dimensions des vaisseaux et donc de la porosité du bois (en omettant les vaisseaux du bois final), une variabilité intra-arbre résiduelle importante, l'absence de relation entre le diamètre des vaisseaux et les variables environnementales (altitude, réserve utile des sols), un modèle de variation des dimensions des vaisseaux qui pourra être utilisé pour simuler le diamètre moyen des vaisseaux pour tous les échantillons chêne sessile de la xylothèque.

Les perspectives sont la mise en œuvre du nouveau protocole pour d'autres essences, les mesures d'autres caractéristiques anatomiques (vaisseaux du bois final, fibres etc.), la réalisation de la fiche d'information du bois du chêne sessile (représentation cartographiée du diamètre des vaisseaux), l'optimisation de la phase de préparation des échantillons, l'étude des effets du climat par des mesures intra-arbres du cœur à l'écorce.

Références

- Ferreira, T., & Rasband, W. (2012). ImageJ User Guide User Guide ImageJ. Image J User Guide, 1.46r
- Leban, J. M., Hervé, J., Bontemps, J., Wurpillot, S., Dauffy, V., Morneau, F., Douzain, N. (2017). Le projet XyloDensMap
- Martínez-Cabrera, H. I., Jochen Schenk, H., Cevallos-Ferriz, S. R. S., & Jones, C. S. (2011). Integration of vessel traits, wood density, and height in angiosperm shrubs and trees. *American Journal of Botany*, volume 98, pages 915–922
- Rosell, J. A., Olson, M. E., & Anfodillo, T. (2017). Scaling of Xylem Vessel Diameter with Plant Size: Causes, Predictions, and Outstanding Questions. *Current Forestry Reports*, volume 3, pages 46–59
- Rungwattana, K., & Hietz, P. (2018). Radial variation of wood functional traits reflect size related adaptations of tree mechanics and hydraulics, *Functional Ecology*, pages 260-272
- Taupin A., 2019. Déterminisme environnemental de l'anatomie des bois de *Quercus petraea* Liebl dans les forêts françaises, Mémoire de stage du Master AETPF, 30 pages

A11 : Variations de l'humidité du bois dans les ressources forestières françaises

RANDRIAMANANJARA Aroniaina Mialintsoa¹, LACARIN Maxime¹, JACQUIN Philippe², KERFRIDEN Baptiste¹, MOLA Charline², LEBAN Jean-Michel¹

¹INRA-BEF

² INRA SILVA, Xyloscience
maxime.lacarin@inra.fr

Mots clés : Taux d'humidité ; Infradensité ; Gaz ; Humidité maximale ; Saison

Contexte et objectif

Dans le xylème des arbres en croissance, l'eau est présente sous forme d'eau liée dans les parois cellulaires et d'eau libre dans les lumens des éléments conducteurs. La quantité d'eau présente dans le bois peut avoir un effet direct sur la masse ou encore le comportement physique du bois. Par ailleurs, le taux d'humidité et sa distribution dans les tiges constituent une information nécessaire pour estimer la quantité de biomasse par tonne de bois frais récolté. La connaissance du taux d'humidité du bois à l'état frais peut conduire à l'optimisation du transport des bois abattus et, de leur séchage soit pour une utilisation comme matériau mais également pour produire de l'énergie (Longuetaud et al., 2016). Par ailleurs, on sait que l'infradensité du bois détermine son taux maximal d'humidité. Lorsque le bois est composé de gros vaisseaux, son infradensité sera faible et sa conductivité hydraulique élevée. A l'inverse, le bois composé de petits vaisseaux de faible lumens sera plus dense et sa conductivité hydraulique plus faible (Preston et al., 1999).

Le bois étant un matériau hygroscopique, les travaux sur son humidité sont nombreux et anciens. Ils ont principalement porté sur le séchage du bois pour une utilisation comme matériau ou sur les variations d'humidité des bois dans les arbres sur pied. Le point commun à ces travaux est un nombre réduit d'échantillons provenant de quelques peuplements. En France, tous les ans, l'Inventaire Forestier National prélève des carottes sur environ 30000 arbres représentatifs des ressources forestières métropolitaines. Ces carottes de bois sont actuellement collectées au sein du projet XyloDensMap pour mesurer la densité du bois et ainsi progresser dans la comptabilité du carbone forestier. Dans ce contexte, depuis août 2018, nous avons enrichi le protocole de mesure de la densité du bois par l'adjonction de la mesure de l'humidité du bois vert. L'objectif principal de ce travail est de valoriser ces nouvelles mesures. Nous allons décrire la variabilité de l'infradensité et de l'humidité du bois et tenter d'identifier les sources de ces variations dans le but d'enrichir la description de nos ressources forestières par les propriétés de leurs bois

Matériel et méthodes

Cette étude s'intègre donc dans le projet XyloDensMap, qui analyse les carottes prélevées par l'IFN depuis le début de la campagne 2016. Les carottes, une fois prélevées, sont mises dans des plaques alvéolaires de polycarbonate. On constitue des paquets de 17 boîtes qui sont ensuite passés au scanner à rayon X, nous fournissant des images le long de chaque carotte avec un pas de 0.625mm. Le logiciel CARDEN (Jacquin et al., 2019) permet un traitement automatisé des images pour convertir les niveaux de gris en valeurs de densité. On obtient ainsi une valeur moyenne de densité par carottes et le profil de variation de la densité du bois le long de chaque carotte. Depuis aout 2018 les paquets sont passés à l'état vert et à l'état anhydre, nous

permettant d'obtenir pour chaque carotte l'infradensité à l'état humide et à l'état sec. Les données traitées pour ce travail portent sur 12512 carottes prélevées entre août 2018 et mars 2019. Ces carottes proviennent de 53 espèces différentes, 41 de feuillus et 12 espèces de résineux qui se répartissent dans les Grandes Régions Ecologiques de la France.

Les résultats présentés ici se focalisent sur les 9 essences les plus représentées dans nos forêts (chêne pédonculé, chêne pubescent, chêne sessile, hêtre, charme, Epicéa commun, Douglas, pin maritime et sapin pectiné) donnant un total de 7538 carottes. L'humidité a été calculée selon l'équation 1 :

$$H (\%) = \left(\frac{\rho_h}{\rho_0 * (1 - R_{VT})} - 1 \right) * 100 \quad - \text{Equation 1}$$

ρ_h , la densité mesurée à l'état vert,

ρ_0 , la densité anhydre mesurée après séchage à 103 °C et

R_{VT} , le retrait volumique, une valeur bibliographique par essence

On peut calculer ensuite deux autres variables, Hmax, qui est l'humidité maximale que peut atteindre un échantillon de bois dont on connaît l'infradensité (équation 2), et PG(%), la proportion de gaz que contient un échantillon de bois dont on connaît l'infradensité et l'humidité (équation 3)

Les teneurs en eau calculées ont également été comparées à la teneur en eau maximale que peut contenir un échantillon de bois dont on connaît l'infradensité. Le taux d'humidité maximale dans le bois est atteint quand les lumens sont tous remplis d'eau. L'eau libre qui est habituellement présent dans les lumens de l'aubier est rarement suffisante pour remplir tous les lumens (Gibbs, 1935) ; ainsi, l'espace restant est constitué de gaz.

$$H_{\max} (\%) = \frac{1,5 - ID}{1,5 * ID}$$

- Equation 2

$$\text{Proportion de gaz (\%)} = H_{\max} - H$$

- Equation 3

Résultats et discussion

Variation du taux d'humidité intra-essence

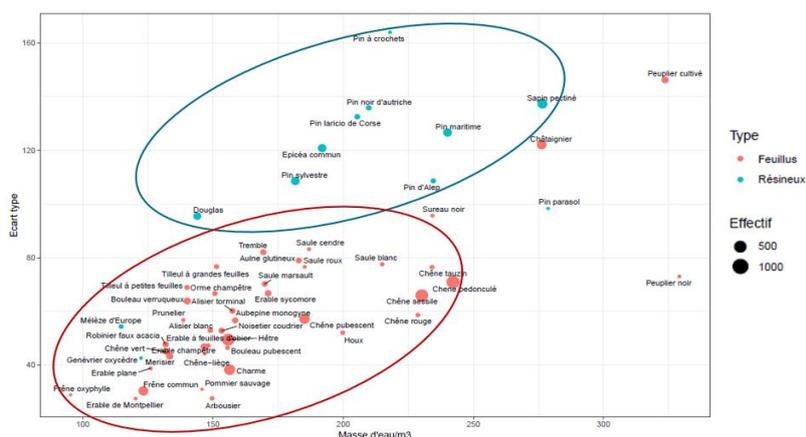


Fig 1 : Ecart type de la masse d'eau par unité de volume.

On constate (Fig 1) que le peuplier est l'essence qui a une masse d'eau par unité de volume la plus forte. Cette essence est connue pour son taux d'humidité élevé à cause d'une quasi-absence

de bois de cœur et surtout par une faible infradensité. Comparés aux feuillus, les résineux ont généralement une masse d'eau par unité de volume plus élevée.

Variation de l'humidité en fonction de l'Infradensité

Les résineux ont un taux d'humidité élevé par rapport aux feuillus. Ceci est expliqué par leur infradensité plus faible (à l'exception des peupliers). Puisque les bois feuillus sont plus denses, ils ont moins d'espace disponible pour l'eau libre que les bois de résineux, ce qui se traduit par une humidité plus faible.

Par ailleurs, à l'échelle interspécifique, la proportion de gaz diminue quand l'infradensité augmente (**Fig 2**)

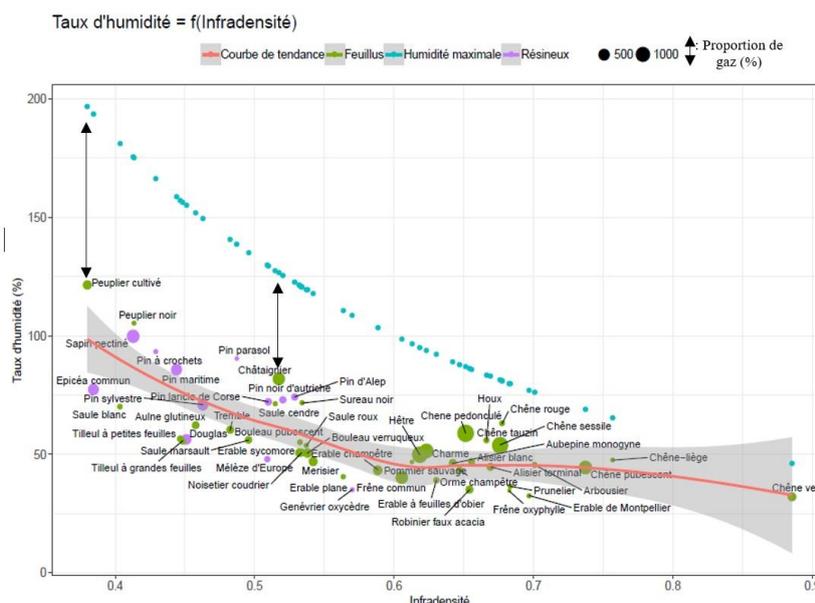


Fig 2 : Variation du taux d'humidité et de la proportion de gaz en fonction de l'infradensité

Variation du taux d'humidité selon la saison

Entre les 9 essences, les résineux sont ceux qui ont une variation intra-annuelle (Fig. 3) la plus élevée (entre 20 à 29 %). A l'inverse, le charme, le chêne sessile, le chêne pubescent et le hêtre ont une variation intra-annuelle inférieure à 10%.

En combinant les dates de prélèvement selon leur saison, le résultat montre que la variable saison a un effet significatif sur le taux d'humidité pour toutes les essences. A l'exception des chênes, pour toutes les essences, le taux d'humidité est le plus faible en été. Pour les chênes le taux d'humidité est plus élevé en automne, et plus faible en hiver.

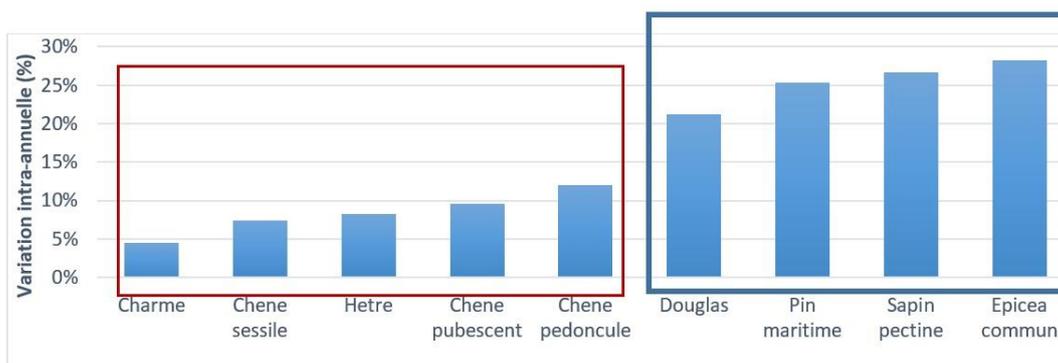


Fig 3 : Variation intra-annuelle du taux d'humidité

Conclusion et perspectives

A l'issue de ce travail nous avons enrichi la base de données d'infradensité par des mesures d'humidité des bois et leurs variations au cours de l'année. Ces résultats ont mis en évidence que le taux d'humidité des bois est, tout comme l'infradensité, très variable tant au niveau intra spécifique qu'inter spécifique. Les essences ayant une infradensité faible ou quantité de matière ligneuse faible sont celles qui ont un taux d'humidité élevé à l'exemple des résineux. Chez les résineux, le charme et le hêtre, le taux d'humidité est plus faible en été qu'en hiver. Les résineux ont également une variation intra-annuelle d'humidité plus élevée que les feuillus.

Les données utilisées ici sont sur la période d'Août 2018 à Mars 2019. En octobre 2019, nous disposerons de données sur une période de 15 mois consécutifs qui intégreront la période printanière absente de cette analyse. Nous pourrons alors voir dans quelle mesure la reprise de l'activité cambiale modifie le taux d'humidité du bois (Gibbs, 1935). Au-delà de cette étude exploratoire, nous pouvons envisager d'autres analyses. On pourra par exemple examiner pour les essences principales (celles dont les effectifs de carottes sont les plus importants), s'il existe des patrons de variations de l'humidité du bois qui diffèrent selon les grandes régions écologiques, on pourra regarder si l'âge des arbres est important, si il y a un lien entre le taux d'humidité du bois et le niveau des précipitations etc. Ce nouveau jeu de données permet d'ores et déjà de décrire la variabilité intra et interspécifique de l'humidité des bois des essences françaises et on l'a vu, présente également un potentiel important de valorisation

Références

- Gibbs, D. R. (1935). Studies of wood on the water content of certain canadian trees and on changes in the water-gas system during seasoning and flotation. Canadian Journal of Research. (32p)
- Jacquin, P., Mothe, F., Longuetaud, F., Billard, A., & Kerfriden, B. (2019). CarDen : A software for fast measurement of wood density on increment cores by CT scanning. Computers and Electronics in Agriculture, 156 (November 2018), 606–617.
- Longuetaud, Fleur, Mothe, F., Santenoise, P., Diop, N., Dlouha, J., Fournier, M., & Deleuze, C. (2017). Patterns of within-stem variations in wood specific gravity and water content for five temperate tree species. Annals of Forest Science, 74(3). <https://link.springer.com/article/10.1007%2Fs13595-017-0657-7> (19p)
- Lüttschwager, D., & Remus, R. (2007). Radial distribution of sap flux density in trunks of a mature beech stand. Ann. For. Sci, 64, 431–438.
- Preston, K. Cornwell, W (1999) Wood density and vessel traits as distinct correlates of ecological strategy in 51 California coast range angiosperms. New Phytologist, 170, 807–818.
- Randriamananjara A. (2019) Mesure de l'humidité du bois dans les arbres, variations dans les ressources forestières françaises. Mémoire de stage de master AETPF (25p)

A12 : Evaluation non destructive des propriétés structurales de mur à ossature bois par technique électromagnétique aux fréquences radar

HAMDI Seif Eddine¹, SBARTAI Zoubir Mehdi¹ BALAYSSAC Jean-Paul², MANDRARA Zaratiana³, LANVIN Jean-Denis³

¹Institut de Mécanique et Ingénierie, 351 cours de la libération, 33405 Talence Cedex, France

²LMDC, INSA/UPS Génie Civil, 135 Avenue de Rangueil, 31077 Toulouse cedex 04, France

³FCBA, Pôle Industrie Bois Construction, Allée de Boutaut 33300 Bordeaux, France

seif-eddine.hamdi@u-bordeaux.fr

Mots clefs : Contrôle non destructif ; radar ; GPR ; onde électromagnétique ; bois

Contexte et objectifs

Dans le domaine du diagnostic des structures en bois, il est nécessaire d'apporter une méthodologie innovante avec des outils précis pour obtenir des analyses fiables sur l'état du bâtiment sans dégrader les parois. Cependant, les structures en bois se dégradent sous des actions mécaniques et climatiques. Les propriétés physiques et mécaniques de ce matériau sont liées aux conditions d'exposition et à leurs variations (Wai-Lok, 2018). Pour le cas des constructions à ossature bois, le seul moyen de connaître leur état de santé est de démonter et de dégrader ses éléments périphériques pour constater l'état et les pathologies des multiples couches et matériaux constituants (Wai-Lok, 2018). Par conséquent, l'évaluation et le contrôle non destructif (CND) pour vérifier leurs conformités avec les normes en vigueur à la livraison et après vieillissement du bâtiment sont une nécessité pour les maîtres d'ouvrage afin de prédire la durée de vie des structures dans un contexte de gestion durable du patrimoine bâti. Cette étude effectuée dans le cadre du projet MOBSCAN financé par Carnot Arts et Carnot MECD, s'inscrit dans ce contexte.

Le système radar (Ground Penetrating Radar GPR) est un outil d'auscultation des matériaux totalement non destructif, rapide, compact et sans contact. Cette technique est basée sur la propagation des ondes électromagnétiques. Cette propagation est fortement liée à la permittivité et la conductivité du matériau qui sont très sensibles aux variations de l'humidité. En effet, en plus de l'efficacité du GPR à évaluer l'humidité des matériaux de construction comme le bois, il a l'avantage par rapport à d'autres techniques de donner des informations sur la profondeur d'une paroi de façon globale. Ainsi l'analyse fine des bâtiments existants permettrait d'évaluer les travaux d'amélioration, de modification, de maintenance et leurs coûts (Sbartai, 2007 ; 2012).

La caractérisation physique du milieu de propagation par la technique radar est basée sur les relations entre les propriétés physiques et les propriétés électromagnétiques (EM) du matériau. L'estimation de ces propriétés par la technique radar est basée essentiellement sur la détermination de la vitesse et de l'atténuation des ondes EM au cours de leur propagation dans le milieu, mais aussi sur l'analyse des coefficients de réflexion de ces mêmes ondes à l'interface de deux milieux. Généralement, la détermination de la vitesse de propagation dans le milieu est réalisée par deux façons. La première consiste à la configuration mono-statique (offset fixe de quelques centimètres, l'émetteur et le récepteur dans le même boîtier). La deuxième consiste à la configuration bi-statique en réalisant plusieurs mesures radar pour des distances émetteur/récepteur différentes et connues. Dans ce travail, la première configuration est retenue. Cela signifie qu'il faut connaître exactement le trajet et le temps de propagation des ondes radar dans le matériau. Cependant, il est difficile de remonter directement au temps zéro

(le temps de départ de l'impulsion EM), et donc au temps de parcours de l'onde EM dans le matériau. Une façon d'évaluer la vitesse de propagation et de calculer le temps zéro (t_0) est d'effectuer des mesures dans l'air (références). Cette technique, connue sous le nom de Fixed Offset (FO), a l'avantage d'être plus rapide puisqu'elle ne nécessite la réalisation que d'un seul offset (Galagedara, 2003 ; Mai 2015).

Cette étude propose l'utilisation du GPR comme méthode CND pour caractériser les matériaux constituant des murs à ossature bois. L'objectif dans un premier temps est le calage de la technique GPR sur des maquettes de matériaux de laboratoire. On propose d'utiliser le GPR à l'échelle de la paroi, pour réaliser des cartographies de vitesse des ondes qui pourront révéler des contrastes des paramètres électromagnétiques liées à des modifications de propriétés des matériaux constituant l'assemblage (isolants, bois d'ossature, présence d'humidité ou absence d'isolant). L'effet de la variation des couches composant le mur à ossature bois sur la vitesse de propagation de l'onde direct est analysé dans le domaine temporel.

Matériaux et méthodes

Les mesures radar ont été effectués sur une maquette de mur à ossature bois à l'échelle du laboratoire fournie par FCBA de Bordeaux. La figure 1 présente les différents éléments constituant cette maquette de dimension $900 \times 600 \times 400 \text{ mm}^3$.

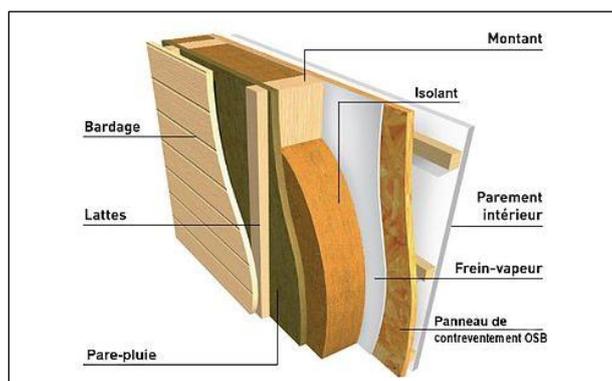


Fig. 1 : Schéma de la maquette du mur à ossature bois (FCBA-Bordeaux)

Le matériel de mesure est composé d'un système radar SIR 3000 avec un dérivateur pour pouvoir connecter deux antennes. Les antennes utilisées sont un couple d'antennes 1.5 GHz. Les mesures ont été effectuées en utilisant une antenne (une seule boîte composée de deux dipôles Ex et Rx) à offset fixe de l'ordre de 6 cm. Dans cette configuration, l'antenne est placée dans l'air pour une mesure de référence. Ensuite, elle est placée sur la paroi (bardage) de la maquette. Un B-scan a été effectué suivant les directions x et y (figure 2). Une centaine de signaux sont enregistrés dans l'air et dans le matériau.



Fig. 2 : Maquette du mur à ossature bois : montants bois avec isolant (à gauche), bardage extérieur avec tasseaux bois (au centre) et grille de mesures radar à l'échelle de la paroi (à droite)

Résultats et analyse

Dans un premier temps, nous nous sommes intéressés à la faisabilité de détection des différents composants de la maquette du mur à ossature bois. En effet, la faible épaisseur des matériaux utilisés (bardage, tasseaux, Pare-vapeur, isolants, ...) par rapport à la longueur d'onde du signal radar émis, ne permet pas de séparer clairement les couches successives de la maquette. Par conséquent, le traitement des données a consisté à extraire les signaux mesurés sur des points spécifiques de la paroi (bardage) de la maquette avec la méthode FO comme illustré dans la figure 2 (à droite). Les signaux ont été utilisés bruts sans aucun filtrage. Rappelons que la méthode FO consiste à mesurer la vitesse à partir d'un offset fixe et d'une calibration du temps d'arrivée par rapport à celui de l'air (vitesse connue). Les figures 3 (à gauche) et 3 (à droite) montrent respectivement les différents signaux enregistrés au-dessus du support de bardage et des montants en bois. Les amplitudes du signal direct (premier signal) ont été également extraites et normalisées par rapport à celui mesuré dans l'air (considéré comme le milieu de référence). Nous pouvons aisément observer trois signaux visibles pour l'ensemble des offsets. Le premier représente celui de l'onde directe dans l'air, le deuxième est celui de l'onde directe dans le matériau et le troisième celui de la réflexion à l'extrémité du milieu. Nous observons sur les signaux issus des antennes 1,5 GHz une possible séparation des ondes dans l'air et dans le matériau. Cependant, on remarque que le signal de l'onde directe est atténué lors de sa propagation dans l'isolant (figure 3 (à droite)), et réflexions sont visibles à partir de 2,5 ns de propagation.

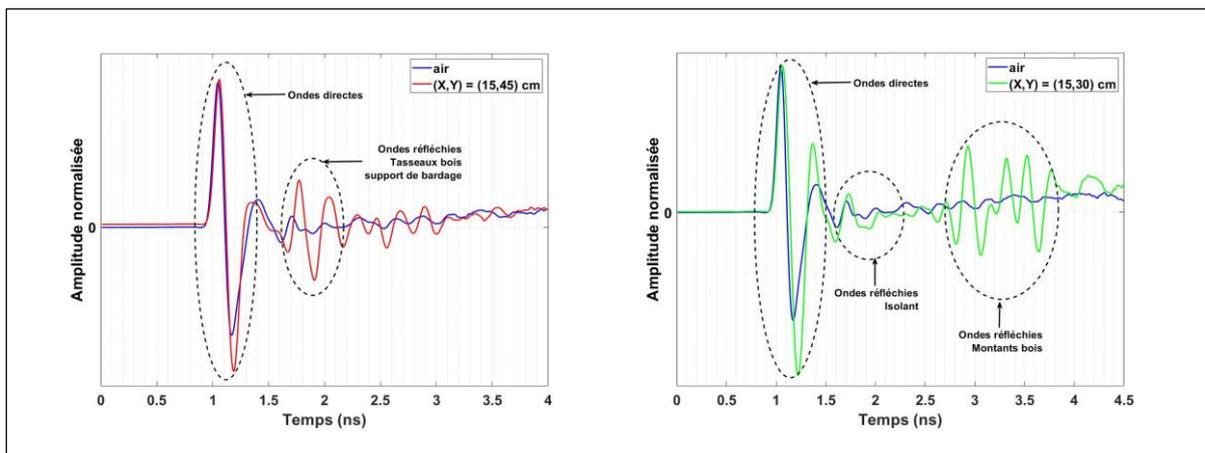


Fig. 3 : Mesure par une antenne dans l'air (à gauche) et sur la paroi de la maquette du mur à ossature bois (à droite)

Nous avons par la suite utilisé l'onde directe dans chaque matériau constituant la maquette du mur (bardage, isolant et Montants bois) et l'onde directe dans l'air du signal de référence pour calculer la vitesse de propagation dans le mur. L'onde directe dans l'air permet de calculer le début des impulsions puisque la vitesse de propagation est connue ($V_0 = 30$ cm/ns). La relation de calcul de la vitesse de propagation de l'onde directe dans le matériau est donc la suivante :

$$\Delta t_1 = t_d - t_{air} = \frac{d_d}{v} - \frac{d_{ER}}{v_0} \quad (1)$$

Donc,

$$V = \frac{d_d}{\Delta t_1 + \frac{d_{ER}}{V_0}} \quad (2)$$

avec t_d est le temps d'arrivée du signal de l'OD dans le matériau, t_{air} est celui dans l'air, d_{ER} est l'offset et V_0 est la vitesse de l'OD dans l'air égale à 30 cm/ns.

Le traitement des signaux enregistrés a consisté à extraire l'amplitude et la position temporelle du pic positif du signal direct pour le calcul des vitesses. Les résultats calculés de la vitesse de propagation par la technique FO pour les trois types de matériaux (bardage, isolant et montants bois) sont présentés dans le tableau 1. Nous notons que la vitesse mesurée de l'OD dans l'isolant (dans cette étude, un mélange fibreux de chanvres et de fibre de bois a été utilisé), est plus élevée que les autres matériaux. Ce comportement est dû principalement au fait que la densité ainsi la teneur en eau des montants en bois sont plus forts que celles de l'isolant.

Tab. 1 : Vitesse de propagation des ondes radar déterminée par la technique FO

Critère	Bardage	Isolant	Montants bois
Vitesse (cm/ns)	12.3	15.8	10.6

Remerciements

Les auteurs souhaitent vivement remercier Carnot Arts et Carnot MECD pour leur soutien financier à ce travail dans le cadre du projet MOBSCAN.

Références

Galagedara L.W. (2003) The GPR Direct Ground Wave Method for Soil Moisture Content Estimation Field Experiments and Modeling. Thesis for doctor of Philosophy. The University of Guelph.

Sbartai Z.M., Breyse D., Larget M., Balayssac J.P. (2012) Combining NDT techniques for improved evaluation of concrete properties. Elsevier journal : Cement & Concrete Composites 34 725-733.

Sbartai Z.M., Laurens S., Rhazi J., Balayssac J.P., Arliguie G. (2007) Using radar direct wave for concrete condition assessment: Correlation with electrical resistivity, Elsevier journal: Journal of Applied Geophysics 62 361-374.

MAI T.C. (2015) Evaluation non destructive des matériaux de construction par technique électromagnétique aux fréquences radar : modélisation et expérimentation en laboratoire, Thèse de doctorat Université de Bordeaux

Wai-Lok Lai W., Dérobert X., Annan P. (2018) A review of Ground Penetrating Radar application in civil engineering: A 30-year journey from Locating and Testing to Imaging and Diagnosis NDT & E International, 96, 58-78.

A13 : Méthodologie d'évaluation de la santé structurale d'une structure bois du patrimoine : étude de la halle de Villeréal

TEVI Komlan Renaud¹, COINTE Alain¹, MAURIN Emmanuel², ELACHACHI Sidi Mohammed¹

¹Institut de Mécanique et d'Ingénierie / Génie Civil et Environnemental – UMR CNRS 5295 (I2M/GCE)

²Laboratoire de Recherche des Monuments Historiques – USR 3224 (LRMH)
komlan-renaud.tevi@u.bordeaux.fr

Mots clés : diagnostic ; bois ; scanner 3D ; CND et instrumentation ; modélisation ; analyse structurale

Contexte et objectifs

L'analyse structurale des structures anciennes peut être nécessaire lors de la restauration d'un ancien édifice, notamment lors du changement d'usage du bâtiment. Le diagnostic de ces structures en bois en cas de dégradation ou de changement d'affectation, tel que pratiqué par les experts des structures du patrimoine, se base encore aujourd'hui essentiellement sur l'examen visuel et sur les connaissances des experts. Or un changement de destination de l'ouvrage, une modification de la géométrie ou encore l'analyse d'une pathologie existante nécessitent un diagnostic basé sur l'analyse mécanique de l'ouvrage et de ses composants. De plus, la garantie de la sécurité de l'ouvrage est plus que jamais un critère déterminant.

La norme « Guidelines for the on-site assessment of historic timber structures » (EN 17121, 2019) qui reste encore à valider par la commission européenne présente une méthode générale de diagnostic des structures en bois du patrimoine. Cette norme propose une méthode d'évaluation en deux temps : une « évaluation préliminaire » et une « évaluation détaillée » ; elle évoque des essais non destructifs sans beaucoup plus de précision.

Le but de ce travail est d'enrichir la méthode de diagnostic proposée par le projet de norme d'une part, par de nouvelles méthodes mettant également en jeu une sollicitation douce de la structure, et d'autre part, par une réflexion sur la fiabilité de la structure. Ainsi, la requalification d'un ouvrage historique en bois, l'estimation du niveau de sécurité à travers une analyse fiabiliste sont autant d'enjeux poursuivis au cours de ces travaux. Pour y parvenir, une étude de faisabilité est réalisée sur un cas concret de structure ancienne en bois : la halle de Villeréal en Lot-et-Garonne (47).

Matériel et méthodologie

L'un des aspects importants dans ce processus d'évaluation de la santé structurale de la halle de Villeréal est la mise au point d'un modèle mécanique de la structure. Ce modèle est basé sur un modèle géométrique, lequel est issu d'un relevé 3D de la structure.

Relevé 3D de la structure :

Pour l'étude de la structure, il convient d'avoir la géométrie globale de la structure et la géométrie détaillée des éléments structuraux. A cette fin, des relevés ont été effectués par scanner 3D. Le scanner utilisé est un scanner 3D Faro Focus S150 du groupe FARO Technologies, Inc. et couvre une distance de 150m avec une précision de ± 1 mm.

Les numérisations obtenues du scanner ont ensuite été traitées au laboratoire par le logiciel SCENE lié au scanner afin d'obtenir un nuage de points de la structure.

Modèle géométrique de la structure :

Le modèle géométrique sous Revit, logiciel de BIM (Building Information Modeling) est fait à partir du nuage de points pour représenter au mieux la géométrie de la structure. L'avantage est qu'un modèle analytique est généré permettant de faire une analyse de la structure.

Modélisation mécanique :

Le modèle éléments finis initié sous le logiciel Robot Structural Analysis d'Autodesk est basé sur le modèle géométrique dont les éléments structuraux sont modélisés par des barres et des nœuds. Ce modèle est basé sur des hypothèses tant sur les caractéristiques du matériau (chêne) que sur les simplifications faites lors de la modélisation, notamment celle des assemblages traditionnels en bois. Quelques-unes de ces hypothèses sont :

- La classe de résistance de l'Eurocode 5 est considérée en D30 (bois feuillu) en attendant la détermination des caractéristiques du matériau (chêne) de la halle ;
- Les assemblages sont considérés comme parfaits et ne traduisent pas réellement l'état dégradé de certains assemblages dans la structure.

Premiers résultats

L'inspection *in situ* et les relevés effectués sur site ont permis de reconstruire la structure de la halle pour une étude plus approfondie. Le nuage de points obtenu renseigne sur les dimensions de la structure et de la plupart des éléments structuraux accessibles. La halle est un bâtiment carré d'environ 25m de côté s'élevant sur environ 14m. La structure est portée par des poteaux disposés en plan suivant trois carrés concentriques contreventés. Le nuage de points qui a servi à la réalisation du modèle géométrique se présente comme suit (Fig. 1 et Fig. 2) :



Fig. 1 : Nuage de points de la halle



Fig. 2 : Vue en élévation Sud de la halle



Fig. 3 : Aspect général de la structure de la halle

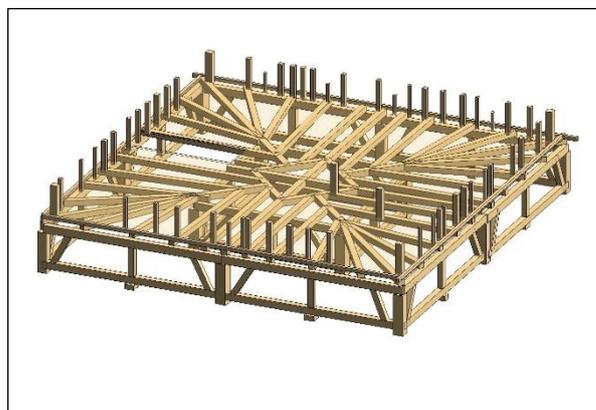


Fig. 4 : Vue 3D de l'enrayure supportant l'étage

L'étude technologique amorcée sur la structure révèle certains défauts structurels qui pourraient être déterminants (leur influence est à étudier) pour la tenue mécanique de la structure. Il s'agit :

- Des assemblages : les liaisons poteaux-poutres ou poteaux-liernes sont des assemblages traditionnels par contact (tenon-mortaise, queue d'aronde, mi-bois, etc.). Des chevilles utilisées pour certains assemblages sont rompues et entraînent un déboitement des deux poutres le long du poteau (Fig. 5).



Fig. 5 : Rupture de chevilles dans un assemblage tenon-mortaise

- Des fentes et fissures sur les éléments structuraux ;
- Des pathologies dues à l'hygroscopicité du bois et aux infiltrations d'eau qui entraînent l'altération biologique des éléments, réduisant ainsi considérablement leur section efficace.

Conclusion et perspectives

Le relevé de la structure par scanner 3D a permis la mise au point d'un modèle EF pour l'analyse mécanique. Cependant, ce modèle est « idéalisé » en première approche et incomplet si l'on souhaite tenir compte de toutes les spécificités de cette structure ancienne en bois.

Le modèle mécanique sera actualisé et corrigé afin de pouvoir guider l'instrumentation sur site dans le but d'étudier le comportement de la structure sous sollicitation réelle. Une étude technologique plus avancée est également souhaitée pour comprendre au mieux la transmission des efforts au niveau des assemblages. Ainsi, l'évaluation des caractéristiques mécaniques des éléments structuraux par la mise en place d'essais CND demeure un enjeu pour l'étude du comportement structural de la halle et l'évaluation de son niveau de sécurité.

A14 : Application des lois de similitude à la caractérisation à partir de maquettes, du comportement des bâtiments bois multi niveaux

SOUSSEAU Yann^{1,2}, ELACHACHI Sidi Mohammed¹, CHAPLAIN Myriam¹, CATTEROU Thomas², GARCIA Patrice²

¹Institut de Mécanique et d'Ingénierie, Département Génie Civil et Environnemental, Université de Bordeaux, Bat B18, Allée Geoffroy St Hilaire, 33615 Pessac

²Institut technologique Forêt Cellulose Bois-construction Ameublement, Allée de Boutaut, 33800 Bordeaux

yann.sousseau@u-bordeaux.fr

Mots clefs : bâtiment bois grand hauteur ; essais ; actions dynamiques ; maquette ; modélisation ; lois de similitude

Contexte et objectif

La finalité de cette étude est de participer à l'amélioration de la connaissance dans la prise en compte des contraintes dynamiques dans les bâtiments à grande hauteur, afin d'augmenter l'essor de la filière bois-construction. Il cible en particulier les structures poteaux-poutres, contreventées par triangulation.

L'expérimentation est le procédé privilégié pour appréhender le comportement d'une structure, en particulier son comportement dynamique. Mais réaliser des essais sur une structure à taille réelle nécessiterait des moyens exceptionnels et coûteux.

Ainsi, la solution proposée consiste à tester une maquette représentative, dont la conception est basée sur une loi de similitude (Fig. 1). A partir des réponses observées sur cette structure à l'échelle réduite (déplacements, contraintes, fréquence propre, amortissement, ...), la loi de similitude permet d'en déduire la réponse de la structure à l'échelle 1.

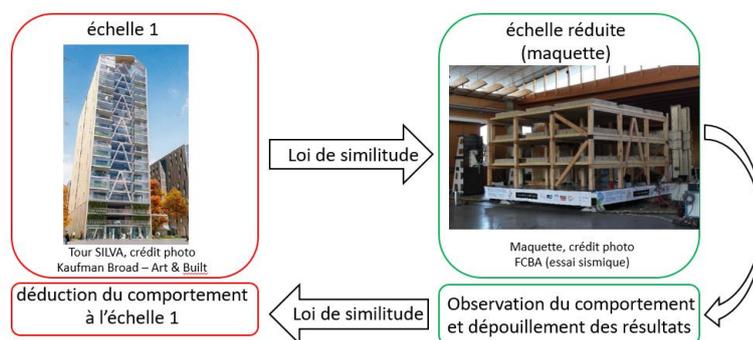


Fig. 5 : Principe d'une loi de similitude

Etat de l'art et méthode adoptée

Une loi de similitude est un ensemble de facteurs de similitude, qui sont définis, pour chaque grandeur x (paramètres ou réponses), par le rapport λ :

$$\lambda = x_{éch. 1} / x_{éch. réduite}$$

Lois de similitude usuelles et méthodes de constitution

Pour un comportement physique donné (comportement mécanique d'une structure, flux de chaleur dans un système, écoulement d'un fluide ...), différentes méthodes permettent de constituer des lois de similitude. Les plus courantes sont les méthodes DA, « Dimensional Analysis » (Wissmann 1968) et GE, « Governing Equations » (Simites and Rezaeepazhand 1993), chacune d'elles aboutit à une multitude de lois de similitude possibles.

La méthode DA a la particularité d'être utilisable lorsque les équations du comportement en jeu sont inconnues, mais nécessite d'identifier tous les paramètres agissant sur le comportement. La méthode GE est directement basée sur les équations du comportement du système, qui sont donc à établir (contrairement à la méthode DA) mais pas à résoudre.

Certaines lois de similitude sont moins pertinentes que d'autres car elles rendent difficilement réalisables les essais à échelle réduite (maquette). En construction, en dynamique des structures, il a été établi des lois de similitude usuelles qui ont l'avantage de conserver les propriétés mécaniques du matériau entre échelles 1 et réduite (Kim et al 2004). Mais certains effets ne sont pas pris en compte dans ces lois de similitude usuelles, comme les non-linéarités de comportement, qui peuvent avoir pour origine, par exemple, le caractère hétérogène du bois. Il s'agit d'un verrou important pour nos travaux de thèse.

Problématiques associées aux lois de similitude

Les hétérogénéités dans le bois (nœuds, cernes,...) impactent les propriétés mécaniques des éléments de structures.

Les nœuds ont des propriétés mécaniques différentes de celles du « bois » et ils modifient l'agencement des fibres. Il a été constaté expérimentalement que les propriétés mécaniques d'un échantillon de bois dépendent de la proportion ou taille des nœuds dans celui-ci. De même, la largeur des cernes, et la proportion entre cernes d'été - cernes de printemps, sont aussi sources de variabilités des performances mécaniques d'une éprouvette à l'autre. Il vient finalement que les propriétés mécaniques d'une éprouvette dépendent de sa taille, on parle d'effet d'échelle.

Il est donc difficile d'obtenir, par exemple pour un assemblage, des lois de comportement identiques entre échelles 1 et réduite. Par ailleurs, si ces lois ne sont pas linéaires (élasto-plastiques), les méthodes traditionnelles de constitution de lois de similitude (DA, GE,...) ne sont souvent plus utilisables (Kim, Lee, and Chang 2009). En effet, la perte de proportionnalité entre contrainte et déformation induit une dépendance du facteur de similitude sur la contrainte (rapport $\sigma_{éch. 1} / \sigma_{éch. réduite}$) par rapport à l'état de déformation ε (Fig. 2). Cette difficulté n'apparaît en revanche pas pour des lois de comportement linéaires (Fig. 3). Les méthodes traditionnelles de constitution de lois de similitude peuvent néanmoins être utilisables si la différence entre les lois de comportement (non linéaires) est limitée par certains critères que nous ne détaillons pas dans ce résumé (Baker et al 1991).

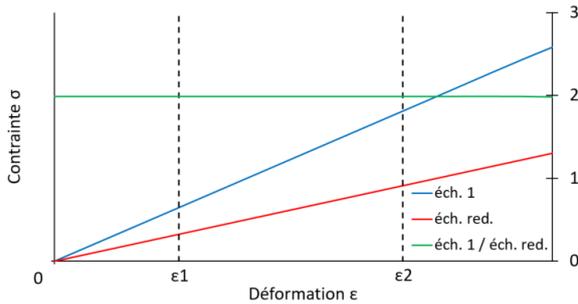


Fig. 6 : Lois de comportement linéaires

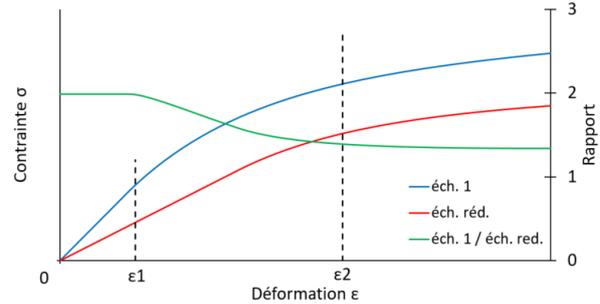


Fig. 3: Lois de comportement non linéaires

Etablissement de lois de similitude pour une construction bois

Nos travaux consistent à établir des lois de similitude pour une construction bois type grande hauteur, que nous avons choisie.

Les assemblages dans la structure ont été dimensionnés afin de dissiper au mieux l'énergie en situation sismique. Nous privilégions le mode de rupture par déformation de l'organe métallique (fléchissement et plastification des broches).

La loi de similitude choisie pour la structure est la loi « Accelération-based » car elle tient compte des charges gravitaires, mais elle a été modifiée afin de tenir compte du comportement non linéaire des assemblages. Les modifications portent sur l'intensité, la durée de la sollicitation et les masses, mais elles n'impactent pas les dimensions de la structure. Cependant, aucune adaptation de la loi de similitude n'est pour le moment prévue dans le cas où le mode de rupture des assemblages ne serait pas conservé de l'échelle 1 à l'échelle réduite.

Une fois la loi de similitude établie, il faut vérifier que les caractéristiques mécaniques des assemblages (lois de comportement, modes de rupture,...), aux échelles 1 et réduites, correspondent avec celles requises par la loi.

Premiers résultats

Les caractéristiques mécaniques des assemblages ont été évaluées par des essais monotones (statiques) sur des assemblages, à l'échelle 1 et 1/3 (Fig. 4).

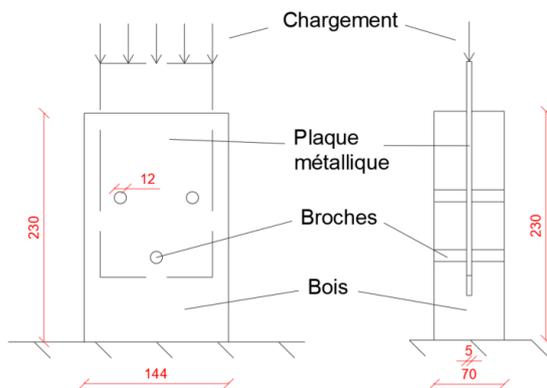


Fig. 4 : Assemblages testés (échelle 1)

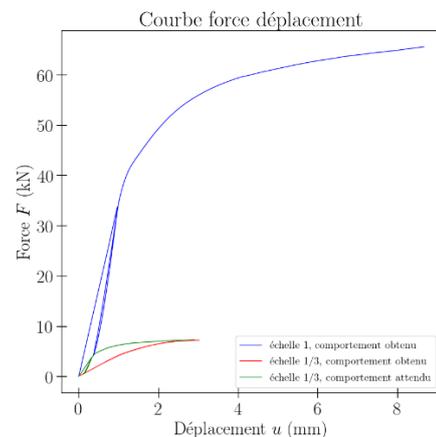


Fig. 5 : Courbe expérimentales force déplacement des assemblages

Il s'agit d'essais préliminaires. Ces essais ont été réalisés à déplacement imposé au laboratoire I2M, 10 essais à l'échelle 1 et 5 à l'échelle 1/3. La figure 5 illustre un exemple de courbe force – déplacement observé aux 2 échelles.

La charge maximale obtenue expérimentalement correspond à celle déterminée par la loi de similitude (écart de 3 %). Aussi, comme prédit par la loi de similitude, les modes de rupture sont similaires entre échelles 1 et 1/3 (fléchissement et plastification des broches, favorisant la bonne dissipation d'énergie, Fig. 6).



Fig. 6 : Rupture des assemblages : à gauche échelle 1, à droite échelle 1/3

Conclusion et perspectives

La recherche bibliographique montre qu'il existe différentes méthodes permettant de constituer des lois de similitude (les méthodes DA, GE,...). Aussi, des lois de similitude usuelles ont été établies en construction, en dynamique des structures. Cependant, certains effets ne sont pas pris en compte dans ces lois de similitude, comme les non-linéarités matérielles et le caractère hétérogène du bois. Notre projet consiste à établir des lois de similitude pour une construction bois que nous avons choisie. Nous avons choisi la loi de similitude « Accélération-based », et l'avons modifiée afin de tenir compte des non-linéarités de comportement des assemblages. Par des essais monotones (statique) sur les assemblages de la maquette, nous avons constaté que la charge maximale et le mode de rupture correspondent bien à ceux requis par la loi de similitude. En revanche, la raideur est trop faible par rapport à celle requise par la loi de similitude. De nouvelles adaptations doivent encore être apportées à notre loi de similitude.

Remerciements

Nous tenons à remercier l'ADEME pour son soutien financier ainsi que la plateforme Xyloforest et le plateau Xyloplate sur lequel les essais ont été réalisés.

Références

- Baker W., Westine P., Dodge F. (1991) *Similarity Methods in Engineering Dynamics*, 384 p.
- Kim N-S., Kwak Y-H., Chang S-P. (2004) *Pseudodynamic Tests on Small-Scale Steel Models Using the Modified Similitude Law*, 13th World Conference on Earthquake Engineering, 11 p.
- Kim N-S., Lee J-H., Chang S-P. (2009) *Equivalent Multi-Phase Similitude Law for Pseudodynamic Test on Small Scale Reinforced Concrete Models*. *Engineering Structures*, vol 31, 13 p.
- Wissmunn, W. (1968) *Dynamic Stability of Spacevehicles*, 43 p.
- Simitses G.J., Rezaeepazhand J. (1993) *Structural similitude for laminated structures*. *Composites Engineering*, vol 3, 15 p.

A15 : Résultats préliminaires de la dynamique de formation des vaisseaux xylémiens et de la dynamique saisonnière du flux de sève chez trois espèces feuillus tempérées

NOYER Estelle¹, STOJANOVIĆ Marko¹, PÉREZ-DE-LIS Gonzalo², HORÁČEK Petr¹

¹The Czech Academy of Sciences, Global Change Research Institute

² Université de Lorraine, AgroParisTech, INRA, UMR Silva, F-54000, Nancy, France
noyer.e@czechglobe.cz

Mots clefs : xylogénèse ; xylème ; vaisseaux ; flux de sève ; stress hydrique ; *Quercus robur* ; *Fraxinus angustifolia* ; *Fagus sylvatica*

Contexte et objectifs

La formation du xylème est un processus dynamique dont les mécanismes sont encore méconnus spécialement chez les angiospermes. Après l'étape de différenciation cellulaire, les vaisseaux, éléments conducteurs de la sève, sont facilement identifiables. Cette étude se focalise sur la dynamique de formation des vaisseaux et la relation avec le profil annuel de flux de sève.

Matériel et méthodes

Trois essences d'angiospermes (chêne, frêne et hêtre) présentant différentes structures microscopiques et stratégie d'utilisation de l'eau ont été sélectionnés. La croissance radiale a été suivie via des dendromètres tandis que les flux de sève par sondes THB. Le calcul du trait Tree Water Deficit (TWD) a été utilisé comme proxy pour évaluer l'intensité du stress hydrique de l'individu (Dietrich et al, 2018). Le prélèvement hebdomadaire de microcarottes a permis de suivre l'évolution du nombre de cellules xylémiennes produites et de la taille des vaisseaux le long de la saison.

Résultats et discussion

Les premiers résultats montrent que les espèces anisotropiques présentent des valeurs maximales de flux de sève plus élevées que le frêne, espèce isotropique, qui expérimente des valeurs de stress hydrique plus élevées. Malgré des durées et chronologies de saison de croissance différentes (début, taux maximal, fin) entre les espèces, l'augmentation du nombre de cellules xylémiennes semblent augmenter à la même période (juin). Ceci peut expliquer partiellement le gradient de taille des vaisseaux observé sur le cerne annuel. De plus, il est noté que le hêtre commence à transporter sa sève avant le début de sa croissance radiale et que les vaisseaux les plus larges ne sont pas les premiers formés.

Conclusion et perspectives

Les prochaines étapes concernent la finalisation du jeu de données en incluant la formation des vaisseaux chez le chêne et les données climatiques. La durée de la phase d'élargissement des vaisseaux sera calculée grâce à l'analyse des coupes anatomiques. L'étude de la relation vaisseaux-flux de sève est prometteuse pour estimer une durée de phase de maturation des vaisseaux (dépôt de la seconde paroi cellulaire, mort de la cellule et mise en fonction conductrice).

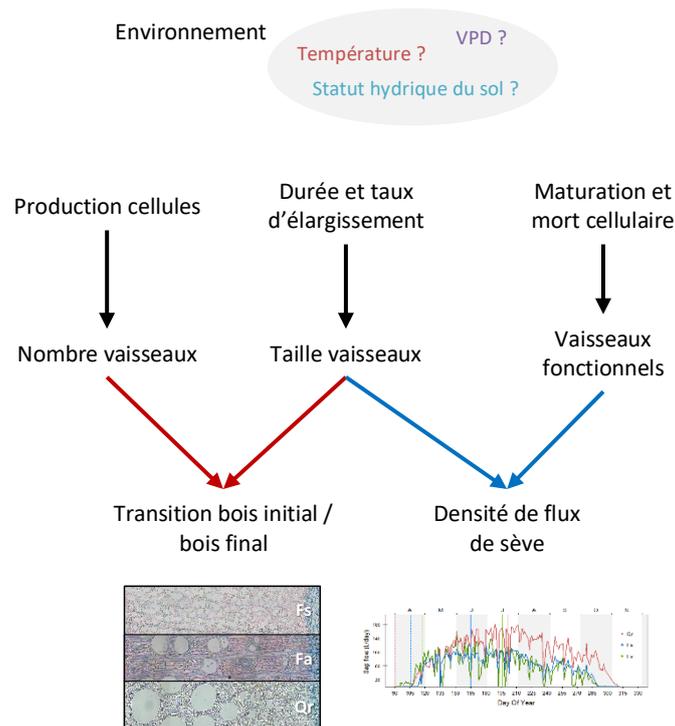


Fig. 1 : Résumé graphique

Remerciements

This work was supported by the Ministry of Education, Youth and Sports of CR within the National Sustainability Program I (NPU I), grant number LO1415

Références

- Dietrich L, Zweifel R, Kahmen A (2018) Daily stem diameter variations can predict the canopy water status of mature temperate trees. *Tree Physiol* 38: 941–952
- Pérez-de-Lis G, Rossi S, Vázquez-Ruiz RA, Rozas V, García-González I (2016) Do changes in spring phenology affect earlywood vessels? Perspective from the xylogenesis monitoring of two sympatric ring-porous oaks. *New Phytol* 209: 521–530
- Prislan P, Gričar J, de Luis M, Smith KT, Čufar K (2013) Phenological variation in xylem and phloem formation in *Fagus sylvatica* from two contrasting sites. *Agric For Meteorol* 180: 142–151
- Rathgeber CBK, Cuny HE, Fonti P (2016) Biological Basis of Tree-Ring Formation: A Crash Course. *Front Plant Sci*. doi: 10.3389/fpls.2016.00734
- Rossi S, Deslauriers A, Morin H (2003) Application of the Gompertz equation for the study of xylem cell development. 1: 33–39

A16 : Microspectroscopie ATR-FTIR : nouvelle méthode de phénotypage à l'échelle de la paroi

CUELLO Clément¹, MARCHAND Paul¹, LAURANS Françoise^{1,2}, GRAND-PERRET Camille¹, LAINE-PRADE Véronique^{1,2}, PILATE Gilles¹, DÉJARDIN Annabelle¹

¹ UMR Biologie intégrée pour la valorisation de la diversité des arbres et de la forêt (BioForA), INRA, ONF, F-45075 Orléans Cedex 2, France

² Plateforme régionale Génoboïs, F-45075 Orléans Cedex 2, France

clement.cuello@inra.fr

Mots clés : Peuplier, Fibre, Vaisseau, Rayon, Bois de tension, Couche G, microphénotypage

Introduction

Les arbres sont capables d'atteindre des hauteurs considérables et de survivre plusieurs années grâce aux propriétés remarquables de leur bois. En effet, le bois remplit trois fonctions principales dans l'arbre : (1) la conduction de l'eau des racines au houppier, (2) le maintien mécanique de sa masse en croissance dans un environnement changeant et (3) le stockage de réserves temporaires, crucial pour permettre la croissance de l'arbre au fil des ans. Chez les Angiospermes, ces fonctions sont assurées par les vaisseaux, les fibres et les rayons, respectivement (Déjardin et al., 2010; Plomion et al., 2001). Les fibres sont caractérisées par une paroi secondaire épaisse, composée de plusieurs sous-couches dites couches-S. La structure et la composition des parois varient énormément en fonction du stade de développement et des conditions environnementales. Par exemple, en réponse à des contraintes mécaniques (*e.g.* pente ou vent fort persistant), les Angiospermes produisent du bois de tension (BT), caractérisé par la présence d'une couche surnuméraire gélatineuse appelée couche-G (Onaka, 1949). Cette couche, située en lieu et place de la couche S2 et/ou S3, est principalement composée de cellulose et de polysaccharides non-cellulosiques et est presque entièrement dépourvue de lignines (Gierlinger and Schwanninger, 2006; Gorshkova et al., 2015; Guedes et al., 2017; Joseleau et al., 2004; Pilate et al., 2004). Le bois opposé (BO), situé sur la face inférieure du tronc, est, lui, totalement dépourvu de fibres gélatineuses. Le bois est donc un tissu complexe et cette grande complexité constitue un obstacle pour l'étude de la formation du bois et la compréhension des mécanismes régissant la mise en place de ses propriétés. Toutefois, elle peut être contournée par le développement d'approches à l'échelle cellulaire et de microphénotypage.

Ici, nous présentons le développement d'une approche non-destructive de microphénotypage basée sur l'imagerie ATR-FTIR (Attenuated Total Reflectance – Fourier Transformed Infrared). Cette approche est la plus résolutive et haut débit actuellement disponible avec une résolution spatiale de (1,56 x 1,56) μm^2 . Nous avons appliqué cette technique sur trois types de bois de peuplier : le bois normal (BN) d'arbres maintenus droits, le bois opposé (BO) et le bois de tension (BT) d'arbres inclinés artificiellement. Nous avons alors pu démontrer que la microspectroscopie ATR-FTIR est un outil puissant pour l'étude de la paroi à l'échelle de la cellule.

Matériel et méthodes

L'étude a été menée en serre sur six arbres de trois mois du clone INRA 717-1B4 (*Populus tremula* L. x *Populus alba* L.) : deux cultivés au printemps 2011 (un droit, un incliné) et quatre

en automne 2012 (deux droits, deux inclinés). Les images hyperspectrales ont été acquises en moyen infrarouge ($1\ 800 - 850\text{ cm}^{-1}$) avec une résolution spectrale de 4 cm^{-1} à l'aide du spectrophotomètre FTIR Spectrum 400 couplé au système d'imagerie FTIR Spotlight 400 (PERKIN ELMER, Wellesley, USA). Pour chaque arbre, une coupe transversale de $20\ \mu\text{m}$ a été réalisée et séchée à l'éthanol absolu. Pour chaque coupe, trois images spectrales de $(100 \times 100)\ \mu\text{m}^2$ ont été acquises à l'aide d'un cristal plan de germanium. Chaque image représente 4 096 spectres soit un jeu de données composés de 36 864 spectres. Pour l'étude de ces spectres, nous avons développé un pipeline analytique qui consiste en (i) un clustering efficace permettant de regrouper les spectres par type de paroi et (ii) l'identification des nombres d'ondes différentiellement absorbés (DAWNs) entre les différents types de paroi, sous-jacents à des différences de composition biochimique. Les DAWNs ont été assignés aux différents composés pariétaux grâce à une base de données interne provenant de la littérature et de la base de données Histochem (<https://pfl.grignon.inra.fr/shistochem/>; Durand et al., 2019). Dans cette étude, nous avons identifié dix types pariétaux correspondant à l'association entre les différentes couches (couche-G ou couche-S), les différentes cellules (fibres, rayons, vaisseaux) et les différents types de bois (BT, BO et BN).

Résultats et discussion

L'application de notre pipeline à des spectres dont le type de paroi est connu nous a permis d'évaluer son efficacité. Ce pipeline s'est montré très efficace pour les parois de fibres, que ce soit la couche-G (100%) ou les couches-S (96 à 100%), et convenable pour les vaisseaux (73 à 82%). En revanche, l'affectation des spectres aux rayons s'est montrée de moins bonne qualité (47 à 72%). Cela pourrait être dû à (i) un signal mixte entre différents types pariétaux lié à l'absence de parois rayons-rayons ou (ii) la plus longue vie des rayons qui conduirait à une plus grande variabilité dans leur composition.

Par cette approche, nous avons mis en évidence un enrichissement de la couche-G des fibres de BT en cellulose et arabinogalactanes de type II par comparaison avec les couches-S des fibres de BT, BO et BN. Ici, nous avons également détecté des signaux de type lignines. Cela laisse à penser que des lignines sont présentes dans la couche-G mais qu'elles diffèrent de celles présentes dans les couches-S. Nous avons également pu montrer qu'il existait des différences de composition polysaccharidique entre couches-S des fibres de BO et BN. Par ailleurs, la comparaison des couches-S des fibres de BT aux couches-S des fibres de BO et BN nous a montré que les couches-S de BT présentaient un profil intermédiaire entre les couches-S de BO et la couche-G de BT. Ceci pourrait être expliqué partiellement par des biais techniques qui seraient le résultat d'une contamination du signal par la couche-G adjacente. Enfin, nous n'avons pas été en mesure d'identifier de différences entre les parois des vaisseaux de BO, BT et BN. Cela laisse sous-entendre que ce type cellulaire est relativement conservé entre les différents types de bois.

Par ailleurs, parmi les DAWNs identifiés, 30% d'entre eux sont soit associés à différents composés pariétaux dans notre base de données, soit non-répertoriés. Ces nombres d'ondes pourraient être le reflet de modifications au niveau des liaisons entre les différentes macromolécules de la paroi (*i.e.* cellulose, hémicellulose, lignines), observables par cette analyse *in situ* des parois. En effet, la littérature faisant référence sur l'assignation de pics est basée sur l'étude de composés purs.

Conclusion et perspectives

L'application de l'imagerie ATR-FTIR et le développement de son pipeline analytique nous a permis d'étudier finement la composition des différents types cellulaires dans trois types de

bois contrastés. Ainsi, en accord avec la littérature, nous avons pu mettre en évidence un enrichissement de la couche-G en cellulose et en arabinogalactanes de type II et nous avons également pu identifier (i) la présence de composés type lignines dans la couche-G, (ii) des différences de composition et/ou de structure polysaccharidiques entre fibres de BO et fibres de BN et (ii) une composition semblable entre les vaisseaux de BN, BO et BT. Par ailleurs, l'analyse *in situ* des parois nous permet également d'identifier des différences encore inconnues à ce jour et potentiellement liées à des différences architecturales des parois.

Par ailleurs, grâce à l'utilisation du cristal de germanium, la microspectroscopie ART-FTIR permet de multiplier par cinq la résolution spatiale comparée à la microspectroscopie FTIR. La surface plane du cristal utilisé ici permet de réduire le risque lié à la contamination croisée et donc de s'assurer de la pureté du signal. Ainsi, il est possible d'accéder au phénomène à l'échelle de la paroi ce qui, associé aux nouvelles technologies omiques à l'échelle de la cellule, ouvre une nouvelle ère en biologie intégrative.

Remerciements

Les auteurs remercient la région Centre Val de Loire pour son financement via le projet OPeNSPeNU (APR-IR #2016-00108472). Ils remercient également le plateau technique GénoBois. GénoBois est soutenu par le programme "Investissement d'Avenir" (ANR-10-EQPX-16, XYLOFOREST). Ils remercient également le personnel de l'unité INRA-GBFor pour la gestion des expérimentations en serre.

Références

- Déjardin, A., Laurans, F., Arnaud, D., Breton, C., Pilate, G., and Leplé, J.-C. (2010). Wood formation in Angiosperms. *Comptes Rendus Biologies* 333, 325–334. doi:10.1016/j.crv.2010.01.010.
- Durand, S., Papineau, P., Robert, P., Devaux, M.-F., and Guillon, F. (2019). HISTOCHEM: a database of reference spectra for plant cell wall polymers. *Berichte aus dem Julius Kühn-Institut*, 91–92.
- Gierlinger, N., and Schwanninger, M. (2006). Chemical Imaging of Poplar Wood Cell Walls by Confocal Raman Microscopy. *Plant Physiology* 140, 1246–1254. doi:10.1104/pp.105.066993.
- Gorshkova, T., Mokshina, N., Chernova, T., Ibragimova, N., Salnikov, V., Mikshina, P., et al. (2015). Aspen tension wood fibers contain β -(1→4)-galactans and acidic arabinogalactans retained by cellulose microfibrils in gelatinous walls. *Plant Physiology*, pp.00690.2015. doi:10.1104/pp.15.00690.
- Guedes, F. T. P., Laurans, F., Quemener, B., Assor, C., Lainé-Prade, V., Boizot, N., et al. (2017). Non-cellulosic polysaccharide distribution during G-layer formation in poplar tension wood fibers: abundance of rhamnogalacturonan I and arabinogalactan proteins but no evidence of xyloglucan. *Planta* 246, 857–878. doi:10.1007/s00425-017-2737-1.
- Joseleau, J.-P., Imai, T., Kuroda, K., and Ruel, K. (2004). Detection in situ and characterization of lignin in the G -layer of tension wood fibres of *Populus deltoides*. *Planta* 219, 338–345. doi:10.1007/s00425-004-1226-5.
- Onaka, F. (1949). Studies on compression-and tension-wood. *Mokuzai Kenkyu* 1, 1–88.
- Pilate, G., Chabbert, B., Cathala, B., Yoshinaga, A., Leplé, J.-C., Laurans, F., et al. (2004). Lignification and tension wood. *Comptes Rendus Biologies* 327, 889–901. doi:10.1016/j.crv.2004.07.006.

Plomion, C., Leprovost, G., and Stokes, A. (2001). Wood formation in trees. *Plant Physiol.* 127, 1513–1523.

A17 : Étude préliminaire sur la utilisation de composants présents dans les effluents de l'industrie des panneaux durs pour la collage de contreplaqué

ROSILANI Trianoski¹

¹ Université Fédérale du Paraná, Curitiba, Brésil
rosillani@gmail.com

Mots clefs : qualité du collage ; l'effluents ; l'extrait ligno-cellulosique.

Contexte et objectifs

Selon les données d'Ibá (2018), le Brésil est l'un des dix plus grands producteurs de panneaux de bois du monde, totalisant en 2018 un volume de 7,9 millions de m³. Les panneaux de fibres de bois (Panneaux de fibres à densité moyenne - MDF et Panneaux de fibres de bois à haute densité – HDF/bois dur) font partie de cette gamme de produits et sont largement utilisés dans les industries de l'ameublement, de la construction, de l'automobile, et de l'alimentation entre autres. Le processus de production des panneaux de fibres peut être réalisé par deux types de processus : sec ou humide. Chacun d'eux génère des produits présentant des caractéristiques et des propriétés différentes.

Dans le procédé sec, des adhésifs à base de formaldéhyde (urée et mélamine) sont utilisés, des recherches sur cet aspect devraient être menées afin de maximiser la production et les performances du produit final, mais également pour minimiser les impacts environnementaux et les l'impact sur la santé humaine. Dans le processus humide, les adhésifs synthétiques ne sont généralement pas utilisés, ce qui peut générer un panneau libre de composants organiques volatils (VOC). En revanche, ce type de panneau demande une grande quantité d'eau lors de sa production et l'effluent qui reste du processus devrait être traité selon la législation environnemental du pays ou le panneaux est produit. Le traitement de l'effluent est un processus complexe et les méthodes conventionnelles ne suffisent pas à l'élimination totale des différents composants présents (la lignine, les tanins et autres composés aromatiques). Ces derniers présente un risque de contamination pour l'environnement. La lignine et les tanins ont des propriétés intéressantes qui peuvent contribuer positivement aux propriétés des panneaux ou des bois composites. Ils peuvent aussi servir de matières premières pour la production d'adhésifs.

Selon Hu (2002), la lignine est un adhésif naturel, et une macromolécule qui peut être utilisée dans plusieurs applications pratiques, particulièrement en matière première pour la production de résines, thermoplastiques, dispersants, antioxydants, polyuréthanes, fibres de carbone et diverses autres produits. Les tanins sont des polyphénols naturels très réactifs avec le formaldéhyde et ces molécules sont reliées par des groupes méthylène (Pizzi; Mittal, 1994). Ceci représente un indicateur positif pour leur utilisation dans la préparation ou la modification de résines, et l'application avec le matériau bois. Malgré le fait que les formulations adhésives à base de tanins nécessitent une certaine quantité de formaldéhyde, et éventuellement de résine fortifiante, cela peut être compensé par la considérable réduction de la quantité de matériaux synthétiques nécessaire (Maloney, 1993), minimisant ainsi les émissions de produits chimiques volatiles et favorisant la recherche de matériaux renouvelables, environnementalement correctes, et donc avec un cout plus faible de matière première pétrolière (Langenberg et al., 2010). En plus d'être présentées comme des matières premières de la production d'adhésifs, des études suggèrent l'utilisation de tanins comme mousses d'isolation, en raison de leur conductivité thermique (Lacoste et al., 2014).

Dans ce contexte, cette recherche visait à mener une première étude exploratoire sur l'utilisation des composants présents dans les effluents de l'industrie des panneaux durs (processus humide) pour l'application en tant que liant dans les panneaux en bois.

Matériel et méthodes

Pour le développement de cette recherche, les effluents d'une manufacture ont fait l'objet d'études, cette manufacture produit des panneaux de fibres de bois humides et elle est située dans l'État du Paraná - Brésil, la matière première utilisée dans la production est *Eucalyptus sp.* broyé avec son écorce. L'effluent est collecté après l'étape de pressage du panneau et l'échantillon est évalué par tests de pH et de teneur en solides, ce qui conduit au processus de distillation à une température de 97 degrés Celsius. Après la distillation deux fractions différentes de phase liquides sont obtenues, la première transparente et la deuxième un extrait condensé et foncé. Le pH et la teneur en solides des deux échantillons sont déterminés en laboratoire, puis, ils sont soumis à une analyse de résonance magnétique nucléaire avec l'objectif de réaliser l'identification qualitative des composants de chaque produit obtenue par la distillation.

Après l'identification des composants de chaque fraction, la fraction plus foncée, nommée dans cette recherche d'extrait ligno-cellulosique, a été testée du point de vue de son potentiel de liaison. Le même extrait a été testé comme potentiel additif qui peut remplacer partiellement les adhésifs synthétiques conventionnels, lesquels sont utilisés en colle dans les panneaux de bois reconstitués (Urée-formaldéhyde et phénol-formaldéhyde).

Le potentiel de liaison de l'extrait ligno-cellulosique a été évalué à partir de la production de panneaux de contreplaqué en *Pin*. Pour l'évaluation 5 lames des dimensions 2,5 X 400 X 400 mm ont permis de former un panneau contreplaqué d'épaisseur nominale de 12,5 mm. Le plan expérimental a consisté en 5 traitements avec 3 répétitions par traitement, dont 1) 100% de phénol formaldéhyde; 2) 100% d'urée-formaldéhyde; 3) 50% de phénol-formaldéhyde et 50% d'extrait ligno-cellulosique; 4) 50% d'urée-formaldéhyde et 50% d'extrait ligno-cellulosique; et 5) 100% d'extrait ligno-cellulosique. Les propriétés des adhésifs qui ont été utilisés dans les évaluations sont: Phénol-formaldéhyde: 52,0% de teneur en solides, pH 13,1 et viscosité Brookfield 732 cP; Urée formaldéhyde: 65,4% teneur en solides, pH 8,7 et viscosité Brookfield 576 cP; et extrait ligno-cellulosique: 51,4% teneur en solides, pH 4,1 et viscosité Brookfield 633 cP.

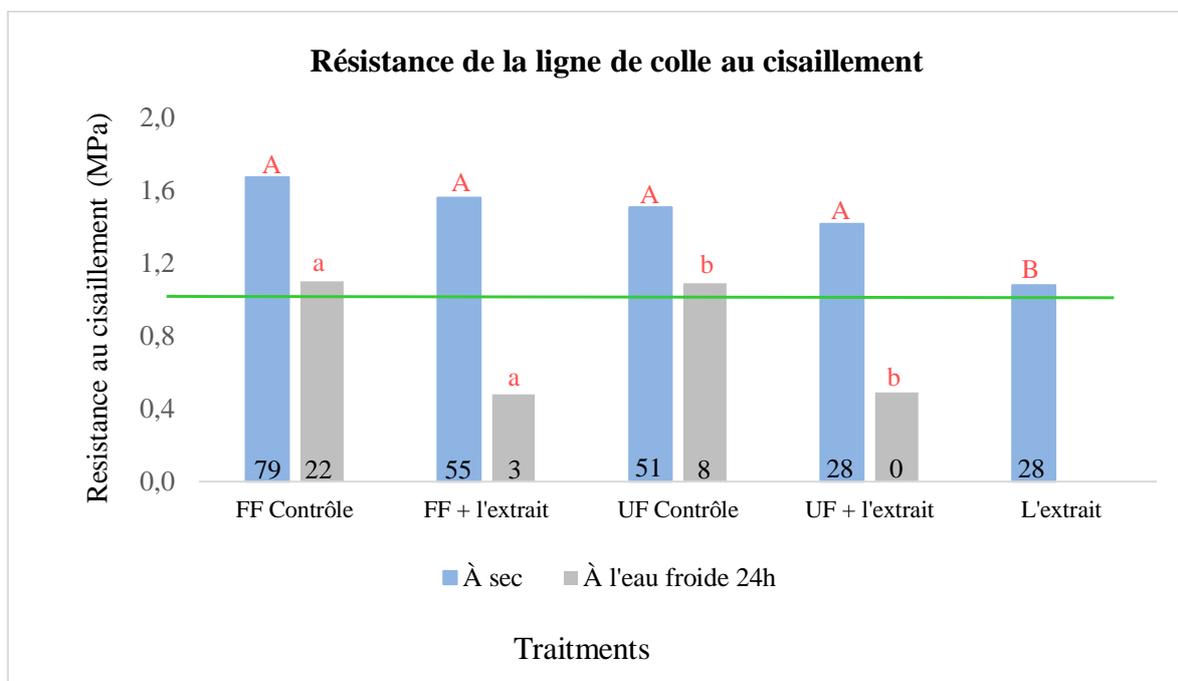
Le mélange de la colle (adhésif) a été formulé dans les proportions de 100 parties/poids d'adhésive (FF, UF, extrait ligno-cellulosique ou mélange de FF/UF + extrait), 20 parties/poids de retardateur de prise, et 15 parties/poids de l'eau, appliqué dans un grammage de 180g /m² (ligne de colle simple). Les panneaux contreplaqué ont été pressés à 160 degrés Celsius et à une pression de 1 MPa pendant 12 minutes. Après acclimatation, des échantillons ont été fabriqués pour évaluer la qualité du collage, à partir des normes EN 314-1 et EN 314-2. Ces échantillons sont soumis à prétraitement sec et une immersion pendant 24 heures dans de l'eau froide. Les résultats ont été soumis à une analyse de variance et à une comparaison des moyennes de Tuckey (95% de fiabilité).

Prémiers Résultats

Les résultats obtenus à partir des propriétés des effluents *in natura* ainsi que la fraction distillée (transparent) et la fraction concentrée (extrait ligno-cellulosique) ont comme résultat 3,8 ; 3,7 et 4,1 pour un pH et 9,5 %, 0,0 % et 51,4 % pour la teneur en solides, respectivement. Dans la fraction distillée, la résonance magnétique a identifié la présence d'acide acétique, d'éthanol et de composants aromatiques tels que le guaiacol, le méthylphénol, le syringol, le pyrogallol, le

veratrol et la vanilline. En ce qui concerne l'extrait ligno-cellulosique, les composés de lignine et de tanins sont ceux qui ont principalement été observés.

Le potentiel de liaison de l'extrait ligno-cellulosique dans sa forme pure ou en tant qu'additif de substitution pour les adhésifs synthétiques, ainsi que la comparaison de sa qualité de collage avec les adhésifs synthétiques (contrôle), sont présentés dans la Figure 1.



Notes :

— Requis minimum pour le résistance au cisaillement (1,0 MPa) - EN 314-2 (2002).

Les valeurs présentées sur la base des barres indiquent le % de rupture cohésive apparente du bois.

Les moyennes suivies de la même lettre, majuscule pour prétraitement sec et minuscule pour prétraitement humide, sont statistiquement égales par le test de Tuckey – 95% de fiabilité.

Fig. 1: Résultats de résistance au cisaillement du collage des panneaux contreplaqué

Pendant le test à sec, aucune différence statistique significative n'a été observée entre les panneaux fabriqués avec les adhésifs FF et UF (100%) par rapport aux panneaux collés avec 50% d'extrait ligno-cellulosique et 50% d'adhésifs synthétique (UF ou FF) dans la formulation et préparation de l'adhésive. Dans les résultats pour les panneaux produits avec 100% d'extrait ligno-cellulosique l'observation était qu'ils sont statistiquement inférieure en terme de résistance en comparaison aux autres panneaux, en revanche ils atteignent la résistance minimum par cisaillement de 1,0 MPa défini par la norme EN 314-2.

Dans la condition d'humidité (24h dans l'eau froide) les panneaux contrôlé (100% UF/FF) sont statistiquement supérieure en comparaison aux panneaux collés avec un adhésif synthétique et extrait ligno-cellulosique, ils n'ont pas atteint la résistance minimum de 1,0 MPa, ou n'ont pas présenté de défaillance du bois compatible avec la résistance nécessaire pour approbation. Le traitement produit uniquement avec un extrait ligno-cellulosique n'a pas supporté l'action de l'humidité. Cette observation est justifiée puisque l'extrait ligno-cellulosique, dans la condition dans laquelle il a été obtenu, est hautement soluble dans l'eau. Par conséquent, l'établissement

de voies de synthèse pour son utilisation comme matière première pour la production d'adhésif, ou, l'utilisation exclusive dans environnements secs est recommandé.

Les valeurs de pourcentage de rupture cohésive apparente du bois présentent de faibles valeurs, principalement pour les procédures de pré-traitement en l'eau froide. Ce résultat peut traduire une certaine difficulté de pénétration de l'adhésif dans le bois et un ancrage mécanique insuffisant, ou encore une résistance de l'interface adhésif-bois inférieure à la résistance du bois lui-même.

Conclusion

Les effluents de l'industrie des panneaux de fibres en processus humide ont des composants qui peuvent être utilisés comme matière première pour la production d'adhésifs pour le matériaux bois. L'extrait ligno-cellulosique a un potentiel de liaison et devrait, dans les conditions de cette étude, être appliqué à des produits à faible résistance à l'humidité, ou en remplacement partiellement d'adhésifs synthétiques en petites quantités.

Remerciements

A l'entreprise Brasfibra.

Références

- EN 314-1 (2003). Plywood – Bonding Quality. Part 1 – Test methods. English Version. Brussels. 20 p.
- EN 314-2 (2002). Contraplacado - Qualidade de colagem. Parte 2 – Requisitos. Norma Portuguesa. Bruxelas. 9 p.
- Hu, T. (2002). Chemical modification, properties, and usage of lignin, Kluwer Academic/Plenum Publisher, 2002.
- Iba – Industria Brasileira de Árvores. (2018). Sumário Executivo. Ano Base 2017. 6 p.
- Lacoste, C.; Pizzi, A.; Laborie, M.P.; Celzard, A. (2014). *Pinus pinaster* tannin/furanic foams: Part II. Physical properties. Industrial Crops and Products. v.61, 531-536 p.
- Langenberg, K.W. : Grigsby, W.; Ryan, G. (2010). Green adhesives: options for the Australian industry-summary of recent research into green adhesives from renewable materials and identification of those that are closet to commercial uptake, Forest and Wood Products for Australia.
- Maloney, T.M. (1993). Modern particleboard and dry process fiberboard manufacturing. San Francisco: Miller Freeman.. 681p.
- Pizzi, A.; Mittal, K.L. (1994). Handbook of adhesive technology. New York: Dekker Incorporated, Marcel, 680 p. 1994.

A18 : Etude des propriétés technologiques et biochimique de quelques essences ivoiriennes et Malgache.

DIGBE Thomas¹, NIAMKE Bolélé Florence¹, ADIMA Amissa Augustion¹, Patrick Langbour², GILLES Chaix², NADINE Amusant²

¹ Laboratoire des Procédés Industriels et de Synthèse de l'Environnement (LAPISEN) Institut polytechnique Felix Houphouët Boigny de Yamoussoukro, Cote d'Ivoire.

² CIRAD Montpellier, UMR AGAP et Biowoob.

Email : digbeespoir@gmail.com Contact : 0752751563

Mots clés : Agriculture ivoirienne ; produits phytosanitaires ; bioactive ; essences durable.

Contexte et problématique

Les forêts de Côte d'Ivoire et de Madagascar se composent d'espèces produisant un bois de bonne qualité technologique expliquant ainsi leur forte utilisation. Ce qui entraîne une raréfaction des ressources en forêts primaires d'où la mise en place de plantations pour répondre aux besoins de l'industrie forestière en Côte d'Ivoire. Ces plantations forestières, dans leurs diversités, sont devenues au cours des dernières décennies, des composantes importantes et incontournables de la gestion durable de la forêt ivoirienne. Elles contribuent de plus en plus à la production de biens marchands ou non marchands et elles sont au cœur des enjeux climatiques et environnementaux (Koulibaly et al., 2010). Cependant, les essences capables de résister naturellement à la biodégradation sont peu nombreuses. Il convient donc d'appliquer un produit de préservation permettant d'améliorer leur durabilité. Les substances utilisées dans ce cadre sont d'origine chimique avec des effets néfastes sur la santé humaine et l'environnement.

Les études antérieures ont montré que les espèces tropicales synthétisent des quantités très importantes de métabolites secondaires dans le bois de cœur, dotés de diverses propriétés (Niamké et al., 2012 ; Rodrigues et al., 2011). Ces extraits peuvent être appliqués en traitement au bois de plantation en vue de conférer la durabilité. A côté de cela, d'autres essences forestière peu exploitées possédant une croissance rapide mais dont le bois non durable pour la plupart, pourraient être mieux valorisées en favorisant les revenus des populations locales. Afin de diminuer la pression sur les espèces couramment exploitées, il importe de valoriser les espèces secondaires encore peu exploitées et présentant des propriétés technologiques intéressantes.

Objectifs

L'objectif général de cette thèse est d'évaluer le potentiel de substances bioactives issues d'espèces ligneuses de la cote d'ivoire et de Madagascar pour leur valorisation dans le domaine de la construction.

De façon spécifique il s'agit de :

- Déterminer les propriétés physiques et mécaniques du bois.
- Exécuter le test de durabilité naturelle
- Etudier la bioactivité des composés biochimiques vis-à-vis des mêmes souches de champignons ayant servir pour l'exécution des tests de durabilité naturelle.
- Identifier les métabolites secondaires responsables de la durabilité des essences étudiées.
- Rechercher des modèles permettant de prédire les propriétés et la composition des bois ivoiriens et malgaches.

Méthodologie

Sélection et collecte du matériel végétal

Les arbres sélectionnés ont été identifiés à partir de leurs données GPS communiquées par la société de développement des forêts (SODEFOR), Société en charge des forêts en Côte d'Ivoire. Sur chaque arbre, une bille de 1,3 m a été prélevée à 1,3m du sol. Sur chacune, 2 billons transversaux ont été débités sous forme de planches centrales (4cm de hauteur). Ces billons ont été transférés au CIRAD pour la réalisation des différents tests physico-chimique et biologiques.

Test à réaliser

- Enregistrement des spectres dans le proche infrarouge (SPIR), préalablement à tout essai,
- Mesures de couleur préalablement à tout essai.
- Etude des propriétés physico-mécaniques des bois (densité, module d'élasticité et amortissement, dureté, stabilité dimensionnelle, etc.) ;
- Détermination de la durabilité naturelle vis-à-vis des champignons, l'essai se fera selon la norme XP X 15083-1 (2006).
- Développement de modèles de prédiction reliant les relevés de spectres NIRS et les données du laboratoire.

Résultats attendus

- Bonnes connaissances des propriétés (durabilité naturelle, couleur, physico-mécanique, chimique) des espèces ivoiriennes étudiées.
- Mise en évidence des substances à l'origine des propriétés biologiques des bois des espèces ligneuses ivoiriennes et malgaches étudiées,
- Proposition d'au moins un modèle significatif pour la prédiction des propriétés technologiques des bois d'espèces étudiées.

Références

Koulibaly A., Kouamé F., Traoré., Porembski S. (2010) Structure et régénération de la végétation ligneuse, le long de transect forêts-savanes, dans la région de la réserve de Lamto (Côte d'Ivoire). Annales de Botanique de l'Afrique de l'Ouest, vol. 6, pp. 56-72

Niamké B.F., Amusant N., Charpentier J.P., Chaix G., Baissac Y., Boutahar N., Adima A.A., Kati-Coulibaly S. et Jay-Allemand C. (2012) Relationships between biochemical attributes (non-structural carbohydrates and phenolics) and natural durability against fungi in dry teak wood (*Tectona grandis* L.). Annals of Forest Science, in press.

A19 : Variation radiale et longitudinale de la densité du bois de *Ravenala madagascariensis*, effet de la variété botanique et de la provenance géographique

RAMANANANTOANDRO Tahiana¹, RASOAMANANA Lalaina Patricia¹,
RAKOTOARISOA Miora Vololontiana¹, RANDRIANASOLO Zafyson Hasina¹,
RAZAFIMAHATRATRA Andriambelo Radonirina¹

¹Université d'Antananarivo, Ecole Supérieure des Sciences Agronomiques, Antananarivo
101, Madagascar
ramananantoandro@gmail.com

Mots clefs : densité du bois, Madagascar, ravinala, spectroscopie proche infrarouge, variabilité

Contexte et objectifs

Ravenala madagascariensis ou « arbre du voyageur » ou Ravinala est une espèce non ligneuse, emblématique et endémique de Madagascar (Fig. 1). Cette espèce est très abondante dans les forêts dégradées et est largement utilisée par la population locale, en particulier dans la partie orientale de l'île. La majorité des maisons malgaches traditionnelles de cette partie orientale sont fabriquées à partir de cette espèce. Mais il y a un manque de connaissances concernant les propriétés technologiques de son bois. La densité de bois d'autres monocotylédones comme les palmiers et les cocotiers ainsi que la variabilité de leur densité ont été largement étudiées (Fathi 2014, Killmann 1983). Cette étude a ainsi pour objectif d'analyser la variabilité longitudinale et radiale de la densité de bois de *Ravenala madagascariensis*



Fig. 1 : Photo d'un arbre de *Ravenala madagascariensis*. Source : futura-science.com

Matériels et méthodes

Cent vingt arbres de *Ravenala madagascariensis* appartenant à quatre variétés botaniques (« bemavo », « fontsy malama », « horonorona » et « menarirana ») et provenant de quatre différentes régions (Soanierana Ivongo, Beforona, Brickaville et Vavatenina) ont été abattus. Pour chaque arbre, des échantillons ont été collectés sur trois compartiments (tronc, gaine foliaire, pétiole). C'est l'infradensité qui a été caractérisée dans cette étude, il s'agit du rapport entre la masse anhydre et le volume saturé. La valeur de l'infradensité a été estimée à l'aide d'un spectromètre en proche infrarouge (SPIR) portable en utilisant une gamme spectrale de 950 à 1650 nm. Les modèles d'étalonnage ont été basés sur la régression PLS, en utilisant plusieurs

méthodes de prétraitement de spectres et avec sélection de longueurs d'ondes. Le meilleur modèle de prédiction a été obtenu avec la méthode de prétraitement du spectre «Standard Normal Variate + Detrending», avec un R² de 0,70 et un RPD (Ratio performance / déviation) de 2,17 en validation indépendante.

Résultats et discussions

L'infradensité moyenne de *Ravenala madagascariensis* est de 0,098, ce qui est très faible comparée à celle d'autres monocotylédones, comme par exemple : *Pachypodium* sp. = 0,10 (Vieilledent *et al.* 2012), *Bambusa vulgaris* = 0.50 (Ramanantoandro *et al.* 2013).

L'infradensité est variable du centre à l'écorce. La zone périphérique est 46% plus dense que la zone centrale avec une forte différence significative au seuil de 5% (Fig. 2). Cette tendance de variation est similaire à ce qui est trouvé chez les autres monocotylédones (Wong 2010, Killmann 1983).

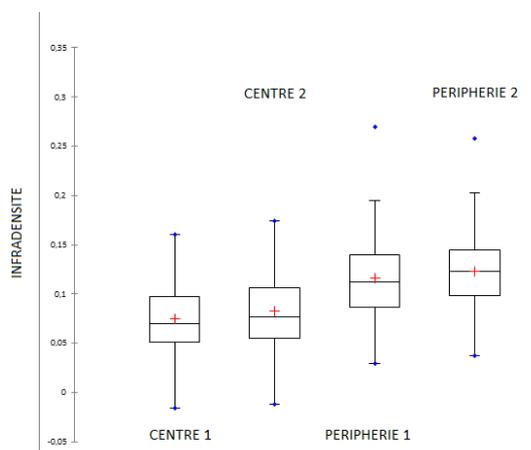


Fig. 2 : Variation radiale de la densité du *Ravenala madagascariensis* du centre vers la périphérie

La provenance et la variété botanique de *Ravenala madagascariensis* ont aussi un effet significatif sur les valeurs de l'infradensité. L'infradensité varie considérablement selon le compartiment de l'arbre. Par ordre décroissant, le tronc a la densité la plus élevée, suivi de la gaine foliaire, puis les pétioles ont la densité la plus faible (Fig. 3). La variété « Fontsy malama » a le bois le plus dense (0,131), suivi de « bemavo » (0,114), « horonorona » (0,102) et « menarirana » (0,095). La même tendance a été trouvée chez les palmiers et les cocotiers (Fathi 2014, Rich 1987). La section anatomique de bois de *Ravenala madagascariensis* ayant une infradensité la plus élevée montre une paroi de fibre plus épaisse, un diamètre de lumen de fibre plus faible et des fibres plus abondantes.

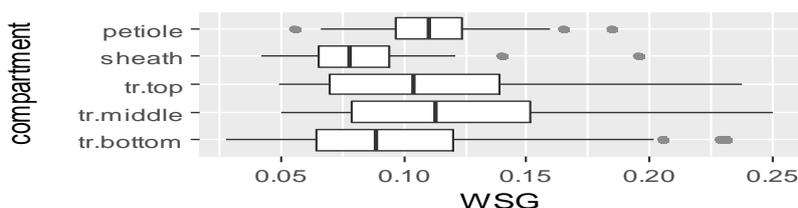


Fig. 3 : Variation de l'infradensité selon le compartiment

Conclusion et perspectives

Malgré que l'infradensité du bois de *Ravenala madagascariensis* est très faible, les populations rurales malgaches utilisent beaucoup ce matériau dans la construction comme plancher ou mur. Mais les constructions ne sont pas durables dans le temps. Les résultats de cette étude sont très utiles pour l'utilisation rationnelle de cette espèce car sa performance dans les différentes utilisations dépend de ses propriétés technologiques. L'infradensité du bois peut également être utilisée pour estimer le stockage de biomasse aérienne de cette espèce qui est très envahissante des forêts secondaires dégradées de Madagascar.

Remerciements

Cette étude a été financée par le Bureau National de Coordination REDD+ (BNC REDD+) du Ministère de l'Environnement et du Développement durable (MEDD). Les auteurs adressent leurs remerciements à l'équipe de BNC-REDD+, l'équipe de UFR Sciences du Bois de ESSA-Forêts, l'équipe de terrain et la direction régionale du ministère de l'Environnement et du Développement durable (DREDD) des régions Alaotra Mangoro, Atsinanana et Analanjirofo pour leurs contributions à cette étude.

Références

- Fathi L. (2014) Structural and mechanical properties of the wood from coconut palms, oil palms and date palms. Thèse de doctorat en Sciences Naturelles de la Faculté de Biologie de la Faculté de Mathématiques, Informatique et Sciences Naturelles, Université de Hamburg.
- Killmann W. (1983) Some physical properties of the coconut palm stem, *Wood Science and Technology*, 17: 167- 185
- Ramananantoandro T., Rabemananjara Z. H., Randrianarimanana J.-J., Pommier R. (2013) Valorisation de la filière bambou dans les zones orientales de Madagascar : contraintes et opportunités. *Bois et Forêts de Tropiques*, 316 (2) : 79–91
- Rich P. M., (1987) Mechanical structure of the stem of arborescent palms. *Botanical Gazette*, 148 (1): 42–50.
- Vielledent G., R. Vaudry, Andriamanohisoa S. F. D., Rakotonarivo O. S., Randrianasolo H. Z., Razafindrabe H. N., Rakotoarivony C. B., Ebeling J., Rasamoelina M. (2012) A universal approach to estimate biomass and carbon stock in tropical forest using generic allometric models. *Ecological Applications*, 22: 572–583.
- Wong, T.W. (2010) Palm wood density, <http://www.palmdensity.com>, consulté le 13 Novembre 2017

A20 : Variabilité des propriétés chimiques (extractibles et phénols totaux) de quelques espèces de bois précieux de Madagascar (*Dalbergia* spp. et *Diospyros* spp.)

RAZAFIMAHATRATRA Andriambelo Radonirina¹, BELLONCLE Christophe², CHAIX Gilles^{3,4,5}, RAOBELINA Andry Clarel¹, RAMANANANTOANDRO Tahiana¹

¹Ecole Supérieure des Sciences Agronomiques, Antananarivo 101, Madagascar

²Ecole Supérieure du Bois, Nantes, France

³CIRAD - UMR AGAP, Montpellier, France

⁴AGAP, Univ Montpellier, CIRAD, INRA, Montpellier SupAgro, Montpellier, France

⁵ESALQ-USP, Wood Anatomy & Tree-Ring Lab, Piracicaba, Brazil

andriambelo.radonirina@gmail.com

Mots clefs : Variabilité ; extractibles ; phénols ; aubier ; duramen ; *Dalbergia* ; *Diospyros* ; Madagascar

Contexte et objectifs

Parmi les espèces de bois précieux à Madagascar figurent les espèces du genre *Dalbergia* (palissandre et bois de rose) et *Diospyros* (bois d'ébène). D'après Ballet et al. (2011), il y existe 48 espèces de *Dalbergia* recensées et avec des noms acceptés ; mais on estime actuellement que ce chiffre est largement sous-estimé. Pour les *Diospyros*, il y a environ 215 espèces recensées dans l'île, dont 85 avec des noms acceptés par la communauté scientifique et 130 en cours d'identification (Missouri Botanical Garden 2016). La majorité de ces espèces sont considérées comme étant des espèces rares ou des espèces menacées (Bossier et Rabevohitra 2005 ; Andrianoelina et al. 2006). Les bois de certaines d'entre elles sont très recherchés sur le marché international, principalement en raison de leur aspect et avec des prix très élevés.

Mais les caractéristiques physiques et chimiques de ces espèces, dont la quasi-totalité sont endémiques de l'île, sont peu connues malgré une reconnaissance locale de leurs bonnes propriétés mécaniques et de leur durabilité naturelle. Leurs propriétés chimiques peuvent être très variées, surtout celles de leur duramen dont la couleur varie beaucoup d'une espèce à une autre. Cette couleur peut varier du beige gris clair à brun rosâtre pour le palissandre, de teinte rouge violacé très vif ou rose très foncé pour le bois de rose, et de couleur très sombre proche du noir pour le bois d'ébène. Afin d'analyser les propriétés chimiques de ces bois, cette étude a pour objectif d'analyser (i) la variabilité inter-espèce des taux d'extractibles et des taux de phénols pour certaines espèces de bois précieux, et (ii) la variabilité intra-arbre (aubier et duramen) de ces propriétés.

Matériels et méthodes

Cette étude se base sur 11 espèces de bois précieux dont 7 espèces du genre *Dalbergia* (*Dalbergia chlorocarpa*, *Dalbergia glaucocarpa*, *Dalbergia greveana*, *Dalbergia maritima*, *Dalbergia monticola*, *Dalbergia pervillei*, *Dalbergia trichocarpa*) et 4 espèces du genre *Diospyros* (*Diospyros boinensis*, *Diospyros mapingo*, *Diospyros parvifolia* et *Diospyros trichophylla*). Pour chaque espèce, 1 à 4 échantillons ont été analysés. Et pour chaque échantillon, l'aubier et le duramen (type de bois) ont été séparés, puis broyés à 500 µm et analysés.

Les analyses du taux d'extractibles (exprimés en pourcentage de matière sèche) ont été effectuées selon la norme TAPPI T 204 om-88. Les extractions ont été effectuées au soxhlet pendant 6h en utilisant des cartouches d'extraction en cellulose et avec un mélange de solvant organique 1:1 composés de toluène et d'éthanol pur. Pour le taux de phénols totaux (exprimé en milligramme d'équivalent acide gallique par gramme de matière sèche ou mg/g), c'est la méthode de Folin-Ciocalteu (Singleton et Rossi 1965) qui a été utilisée en utilisant une courbe d'étalonnage d'acide gallique.

Résultats et discussions

Le taux moyen d'extractible par espèce varie de 0,79 à 3,69% pour l'aubier avec une moyenne de 2,28% pour l'ensemble des espèces testées, alors que ce taux varie de 11,14 à 29,08 % pour le duramen avec une moyenne de 20,20%. Parmi les espèces avec des duramens à très forts taux d'extractibles figurent *Dalbergia glaucocarpa*, *Dalbergia maritima*, *Dalbergia pervillei* et *Dalbergia trichocarpa* (Fig. 1). Ces valeurs, très élevées pour le duramen, sont conformes avec des observations obtenues par ailleurs sur d'autres différentes espèces de *Dalbergia* (Yin et al. 2018). Le taux d'extractibles varie significativement ($\alpha < 0,001$) d'une espèce à une autre, que ce soit pour l'aubier ou le duramen. L'effet de l'interaction « Type de bois × Espèce » sur le taux d'extractibles est aussi très significatif ($\alpha < 0,01$). Et il y a une différence significative ($\alpha < 0,001$) entre le taux d'extractibles de l'aubier et du duramen. Pour l'ensemble des espèces, celui du duramen représente de 3 à près de 15 fois par rapport à celui de l'aubier, pour une moyenne de 12 fois.

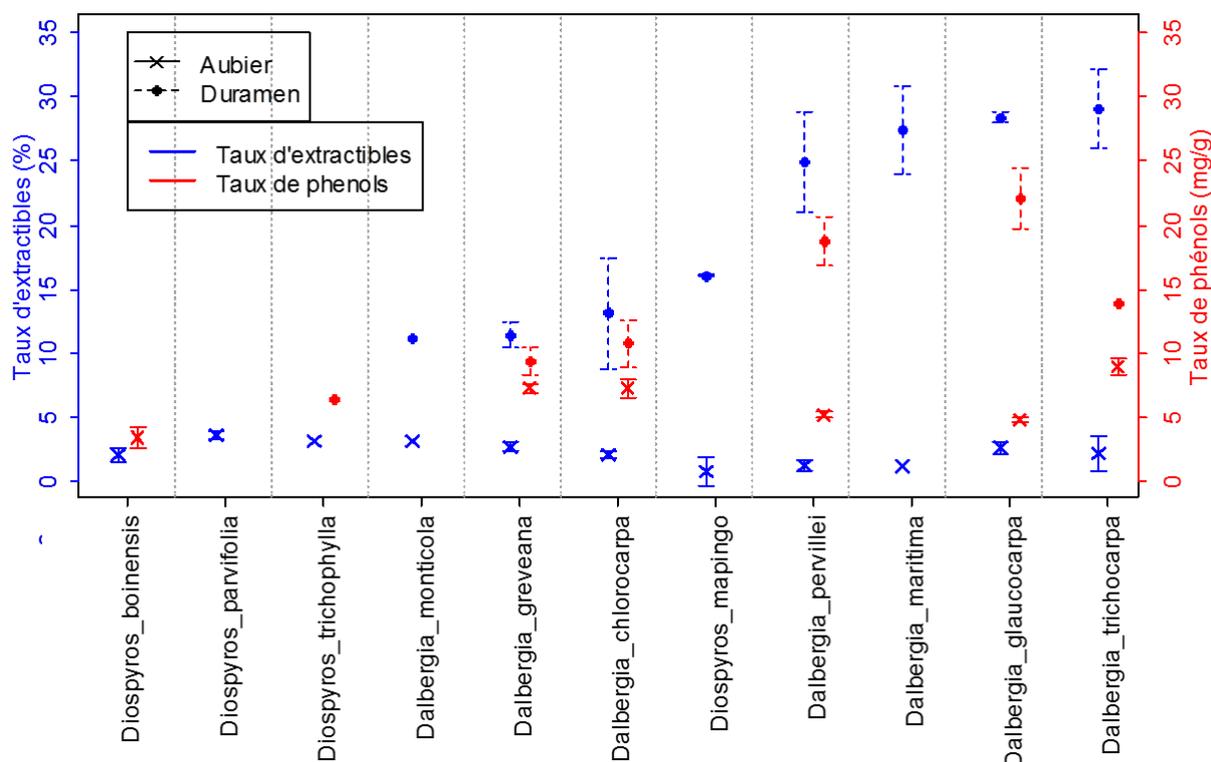


Fig. 1 : Taux d'extractibles et de taux de phénols totaux par espèce et par type de bois

Concernant le taux de phénols, il varie significativement ($\alpha < 0,001$) d'une espèce à une autre que ce soit pour le duramen ou pour l'aubier. Il varie de 3,48 à 8,98 mg/g pour l'aubier, avec une moyenne de 6,19 mg/g. Et pour le duramen, il varie de 6,4 à 22,08 mg/g avec une moyenne de 13,54 mg/g. Parmi les espèces avec un fort taux de phénols totaux dans le duramen figurent

Dalbergia glaucocarpa et *Dalbergia pervillei*. Le taux de phénols du duramen diffère aussi significativement ($\alpha < 0,001$) de celui de l'aubier. Mais selon les espèces, celui du duramen représente juste 1,5 à 4,5 fois de celui de l'aubier.

Les valeurs du taux d'extractibles et du taux de phénols obtenus dans cette étude sont parmi les plus élevées comparées à celles de certaines espèces à forte durabilité naturelle dans l'île (Razafimahatratra et al, 2018), surtout pour le taux d'extractibles. Concernant la relation entre le taux d'extractibles et le taux de phénols, ils sont corrélés positivement avec un $R=0,86$.

Conclusion et perspectives

Pour ces 11 espèces de bois précieux, il y a une grande variabilité du taux d'extractibles et du taux de phénols d'une espèce à une autre. Les valeurs des propriétés obtenues dans cette étude sont assez élevées, surtout pour le taux d'extractibles. Des analyses qualitatives sont en cours sur ces extractibles pour identifier leur composition et pour appuyer des travaux de discrimination des espèces de bois précieux de Madagascar. Ces échantillons ont été récoltés dans le cadre d'un projet G3D (Gestion Durable des bois précieux *Dalbergia* et *Diospyros* de Madagascar) afin de mettre en place des méthodes d'identification de ces bois précieux parmi lesquelles figure la Spectroscopie Proche InfraRouge (SPIR) et pour aider dans la délimitation taxonomique de ces bois précieux. Les résultats de ces analyses qualitatives des extractibles pourraient alors expliquer les résultats de la discrimination SPIR de ces bois. Les résultats de cette étude serviront aussi de valeurs de référence pour améliorer les modèles de prédiction SPIR des propriétés des bois.

Remerciements

Les auteurs adressent leurs remerciements à la Délégation de l'Union Européenne à Madagascar (DUEM) qui finance le projet G3D (Gestion Durable des Bois Précieux *Dalbergia* et *Diospyros* de Madagascar) grâce auquel les échantillons de bois ont été récoltés. Ils remercient également le Consortium sur l'Identification des Bois Précieux de Madagascar formé par le « département Ecologie et Biologie Végétales (DBEV) de la faculté des Sciences » et le « département des Eaux et Forêts de l'Ecole Supérieure des Sciences Agronomiques (ESSA-Forêts) » de l'Université d'Antananarivo, ainsi que « Missouri Botanical Garden (MBG) à Madagascar » pour la collecte et l'identification botanique des échantillons.

Références

- Andrianoelina O., Rakotondraoelina H., Ramamonjisoa L., Maley J., Danthu P., Bouvet J.M. (2006) Genetic diversity of *Dalbergia monticola* (Fabaceae) an endangered tree species in the fragmented oriental forest of Madagascar, *Biodiversity and Conservation* 15: 1109-1128.
- Ballet J., Lopez P., Rahaga N. (2011) L'exportation de bois précieux (*Dalbergia* et *Diospyros*) « illégaux » de Madagascar : 2009 et après ?, *Madagascar Conservation & Development*, 5(2) :110-116.
- Bosser J., Rabevohitra R. (2005) Espèces nouvelles dans le genre *Dalbergia* (Fabaceae, Papilionoideae) à Madagascar. *Adansonia* 27: 209-216.
- Missouri Botanical Garden. (2016) Catalogue of the vascular plants of Madagascar. MBG, St Louis, USA & Antananarivo, Madagascar, In www.tropicos.org
- Razafimahatratra A.R., Rakotovolonalimanana H., Thevenon M.F., Belloncle C., Chaix G., Ramanantoandro T. (2018) Natural durability, ethanol-toluene extractives and phenol content

prediction of eight wood species from Madagascar using NIRS multispecific model. In: IRG49 Scientific Conference on Wood Protection

Singleton V.L., Rossi J.A. (1965) Colorimetry of total phenolics with phosphomolybdic-phosphotungstic acid reagents, American Journal of Enology and Viticulture 16:144-158.

Yin X., Huang A., Zhang S., Liu R. Ma F. (2018) Identification of Three *Dalbergia* Species Based on differences in Extractive Components, Molecules, 23, 2163; doi:10.3390/molecules23092163

Session poster B – Mardi 19 Novembre

B01 : Le tanin comme précurseur de carbones mésoporeux dopés à l'azote pour le stockage d'énergie

CASTRO-GUTIÉRREZ Jimena¹, IZQUIERDO María Teresa², GHANBAJA Jaafar³,
CELZARD Alain¹, FIERRO Vanessa¹

¹ Institut Jean Lamour, UMR 7198 CNRS and Université de Lorraine, Épinal, France

² Instituto de Carboquímica, ICB-CSIC, Miguel Luesma Castan, 4, 50018 Zaragoza, Spain

³ Institut Jean Lamour, UMR 7198 CNRS and Université de Lorraine, Nancy, France

jimena.castro-gutierrez@univ-lorraine.fr

Mots clefs : Tanin ; carbones mésoporeux ; dopage à l'azote ; supercondensateurs.

Introduction

Les tanins sont des molécules polyphénoliques extraites du bois qui se sont révélées particulièrement adaptées à la synthèse de carbones mésoporeux pour diverses applications (Castro-Gutiérrez et al., 2018). Ces carbones mésoporeux (MC) dérivés de tanin de mimosa ont en effet été testés avec succès comme électrodes de supercondensateurs (SC) présentant de hautes rétentions de capacité à courant élevé (Castro-Gutiérrez et al., 2019).

Les SC électrochimiques stockent l'énergie par l'interaction des ions de l'électrolyte avec la surface de l'électrode, ce qui entraîne la formation d'une double couche électrique (DCE). Le mécanisme de DCE conduit à des puissances élevées, mais généralement à des densités d'énergie faibles comparées à celles des batteries. Parmi les stratégies visant à améliorer les performances des SC, la modification de la chimie de surface est fréquemment utilisée. L'introduction d'hétéroatomes dans les matériaux carbonés peut améliorer leur conductivité électrique, leur affinité pour l'électrolyte et/ou permettre des réactions d'oxydoréduction qui peuvent augmenter la capacité et, par conséquent, la quantité d'énergie stockée. Mon étude porte donc sur l'effet du dopage à l'azote de MC dérivés de tanin sur les performances des SCs.

Protocole expérimental

Des carbones mésoporeux ordonnés (OMC) ont été synthétisés par mésostructuration mécano-chimique assistée par le couple tensioactif – eau (SWAMM) utilisant le tanin de mimosa comme précurseur du carbone (Castro-Gutiérrez et al., 2018). Le dopage à l'azote a été réalisé par deux voies: (i) mélange physique direct de l'urée et des OMC, suivi d'un traitement thermique; et (ii) activation par CO₂ des OMC pendant 60 min à 900°C, puis mélange des carbones activés résultants (AOMC) avec de l'urée, suivi d'un traitement thermique. Pour comparaison, le dopage d'un carbone mésoporeux désordonné (DMC) également synthétisé par la méthode SWAMM a été effectué par la voie (i). Le Tableau 1 présente les paramètres de la procédure de dopage et les noms donnés aux échantillons. Après traitement thermique, tous les échantillons ont été lavés à l'eau à 70°C pendant 1 h et récupérés par filtration.

Les propriétés physicochimiques des matériaux ont été étudiées par adsorption de N₂ et de CO₂, microscopie électronique en transmission (TEM et EFTEM), analyse élémentaire (EA), diffraction des rayons X (XRD) et spectroscopie de photoélectrons X (XPS). Ensuite, Les performances électrochimiques des SC assemblés ont été étudiées par des tests de voltamétrie cyclique (CV), de charge-décharge galvanostatique (GCD) et de spectroscopie d'impédance électrochimique (EIS) dans un électrolyte aqueux (1 mol L⁻¹ H₂SO₄).

Tab. 1 : Paramètres de la procédure de dopage à l'azote

Échantillon	Rapport massique Urée/Carbone	Traitement thermique		
		Durée	Température	Atmosphère
U0.5-OMC	0.5/1	3 h	350 °C	Air (50 mL min ⁻¹)
U1-OMC	1/1	3 h	350 °C	Air (50 mL min ⁻¹)
U2-OMC	2/1	3 h	350 °C	Air (50 mL min ⁻¹)
U1-OMC-N	1/1	3 h	550 °C	N ₂ (50 mL min ⁻¹)
U1-OMC-Auto	1/1	3 h	550 °C	Autogénérée
U1-AOMC	1/1	3 h	350 °C	Air (50 mL min ⁻¹)
U2-AOMC	2/1	3 h	350 °C	Air (50 mL min ⁻¹)
U1-DMC	1/1	3 h	350 °C	Air (50 mL min ⁻¹)

Résultats et discussion

La Fig. 1a montre le volume d'ultramicro pores, supermicro pores et mésopores, ainsi que la surface spécifique des carbones dopés et non dopés. À côté, la Fig. 1b montre les teneurs en azote (N) mesurées par EA et XPS pour tous les échantillons. En général, il y a une diminution du volume des pores et de la surface spécifique à mesure que la teneur en N augmente. Cependant, une perte inhabituelle de porosité et par conséquent de surface spécifique a été observée pour U1-OMC et U2-OMC. Néanmoins, les images TEM de ces derniers échantillons révèlent encore la présence de mésopores. La teneur en N considérablement élevée à leur surface et les images de TEM suggèrent une obstruction de la porosité dans les pores étroits donnant accès aux mésopores. Pour un ratio urée/carbone de 1, le traitement à haute température dans une atmosphère modifiée (550°C dans N₂ ou l'air, voir Tab. 1) produit des carbones dopés sans porosité bloquée : U1-OMC-N et U1-OMC-Auto.

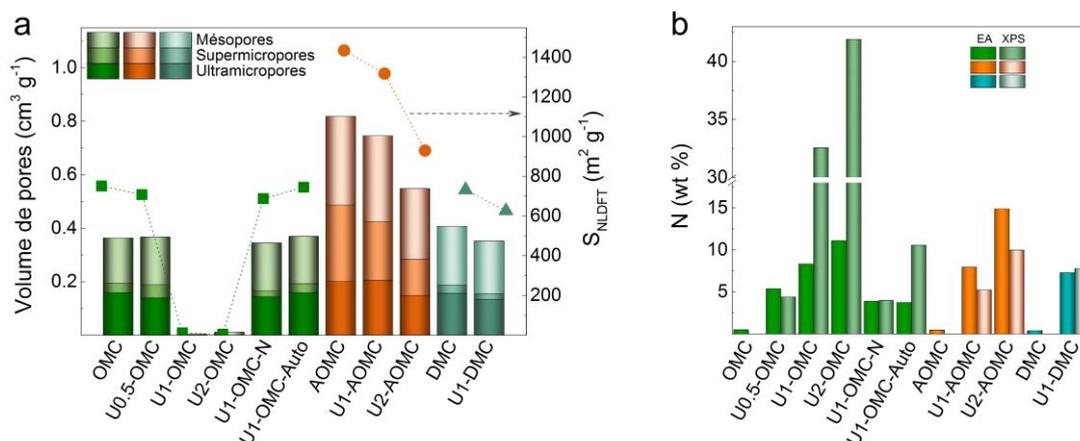


Fig. 1 : Propriétés physicochimiques des matériaux: (a) volume de pores (barres) et surface spécifique (S_{NLDFT}, symboles) ; (b) teneur en N mesurée par EA et XPS.

Les tests électrochimiques ont été effectués sur tous les échantillons, sauf pour U1-OMC et U2-OMC en raison de leur porosité bloquée, inadéquate pour l'application envisagée. Dans tous les cas testés, des courbes quasi rectangulaires ont été observées à 5 mV s⁻¹, indiquant un comportement de SC idéal, voir Fig. 2a et Fig. 2b. On peut aussi noter que le dopage entraîne une amélioration générale des performances en fonction du courant, à l'exception de U1-OMC-

N, voir Fig. 2c et Fig. 2d. Les faibles valeurs de capacité présentées par U1-OMC-N pourraient être expliquées par une résistance distribuée équivalente très élevée ($EDR > 100 \Omega$, mesurée par EIS). D'autre part, pour l'U1-OMC-Auto, les tests GCD ont révélé le même comportement aussi dû à une EDR élevée ($\sim 45 \Omega$). Ce n'est que pour un ratio urée/carbone de 0.5 qu'on trouve une amélioration significative des performances des OMC. Dans le cas des carbones activés, U1-AOMC présente les capacités les plus élevées en raison de la pseudocapacité apportée par les fonctions azotées de surface. Mais pour U2-AOMC, avec une teneur maximale en azote, la capacité est moindre que celle de U1-AOMC. Cette baisse pourrait être due à un changement significatif de la distribution de tailles de pores, le dopage rendant la microporosité de U2-AOMC plus étroite, ce qui restreint ainsi la diffusion des ions.

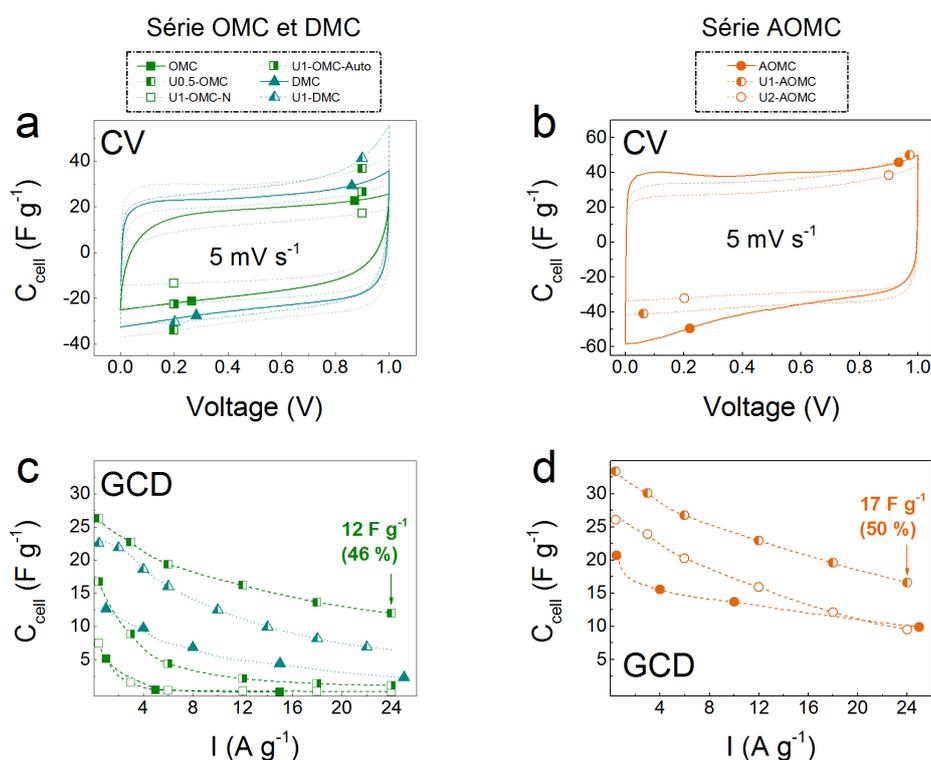


Fig. 2 : Performance électrochimique des matériaux : (a, b) courbes de CV à $5 mV s^{-1}$; (c, d) capacitance (C_{cell}) en fonction du courant, calculé à partir des courbes de GCD.

Conclusion

Des MC dopés à l'azote ont été obtenus avec une teneur maximale de N à la surface de 10,6 % massiques. Le dopage à l'azote améliore les performances électrochimiques des DMC et AOMC et n'améliore les performances des OMC que pour le rapport urée/carbone de 0,5. Pour les AOMC dopés, la modification de surface a amélioré les performances pour le ratio 1 ; mais, par contre, les changements dans les propriétés texturales (surface, volume de pores et distributions de tailles de pores) à la suite du dopage ont conduit à des performances plus faibles qu'espérées. Cette étude montre qu'une combinaison adéquate du dopage et des propriétés texturales peut améliorer les performances des SC. On a donc besoin d'un traitement de dopage qui préserve la porosité des matériaux, et ces matériaux biosourcés à mésoporosité contrôlée sont en mesure d'aider à une telle optimisation.

Remerciements

Jimena Castro-Gutiérrez remercie CONACYT-SENER pour la bourse attribuée à son doctorat, ce qui a conduit à la présente étude. Cette étude a été financée en partie par le projet français PIA "Lorraine Université d'Excellence", référence ANR-15-IDEX-04-LUE, et par le projet TALISMAN, financé par le FEDER (2019-000214).

Références

Castro-Gutiérrez, J., Sanchez-Sanchez, A., Ghanbaja, J., Díez, N., Sevilla, M., Celzard, A., and Fierro, V. (2018). Synthesis of perfectly ordered mesoporous carbons by water-assisted mechanochemical self-assembly of tannin. *Green Chemistry* 20, 5123–5132.

Castro-Gutiérrez, J., Díez, N., Sevilla, M., Izquierdo, M.T., Ghanbaja, J., Celzard, A., and Fierro, V. (2019). High-Rate Capability of Supercapacitors Based on Tannin-Derived Ordered Mesoporous Carbons. *ACS Sustainable Chem. Eng.*

B02 : Etude d'un procédé de stabilisation du bois : acide citrique/glycérol

ZANNINI Eva¹, FREDON Emmanuel¹, ALBINO Christophe², CHAUMAT Gilles²

¹LERMaB, Université de Lorraine, 27 rue Philippe Seguin, CS 60036 – 88026 Epinal Cedex

²ARC-Nucleart CEA Grenoble, 17 avenue des Martyrs, 38054 Grenoble Cedex 9

Emmanuel.fredon@univ-lorraine.fr

Mots clefs : hêtre ; polyesters ; acide citrique ; glycérol ; imprégnation ; flexion ; stabilisation dimensionnelle ; résistance fongique

Contexte et objectifs

L'hygroscopie naturelle du bois est à l'origine de la limitation de ses usages en extérieur, de par les changements dimensionnels engendrés et parce qu'il offre les conditions propices à sa biodégradation. Certaines essences comme le hêtre, sont particulièrement impactées. Les procédés industriels de stabilisation du bois, qui pallient ce problème, se répartissent en trois grandes familles : traitements thermiques, traitements chimiques par greffage (acétylation) et traitements chimiques par imprégnation/polymérisation comme la furfurylation (Sandberg, 2017). Les traitements explorés par Albino et al (2012), et L'Hostis et al (2018) relèvent de cette famille de traitement, en explorant une voie innovante de modification chimique, celle des polyesters. Le principe est d'imprégner une solution de monomères et de les polymériser *in situ* par chauffage modéré. Un avantage par rapport au bois modifiés commerciaux est qu'il est possible de choisir des monomères biosourcés limitant l'impact environnemental et la toxicité du traitement. Des résultats initiaux prometteurs sur le système glycérol/acide citrique ont conduit les laboratoires du CEA-ARC Nucléart et du LERMaB à mener une recherche collaborative d'optimisation des conditions de traitement. Cette étude a pour objectif de comparer l'impact de différentes conditions de traitement sur des caractéristiques d'usage principales du produit : la résistance au lessivage, la stabilisation dimensionnelle, les propriétés en flexion, la résistance à la dégradabilité. Les conditions de traitement explorées au cours de ce travail sont en particulier l'effet de la température de traitement (130°C, 170°C), l'effet de l'atmosphère, et la plasticité du polymère formé (remplacement du glycérol par l'hexanediol).

Matériel et méthodes

Prélèvement des éprouvettes

Les planches de hêtre (*Fagus sylvatica*) ont été coupées en éprouvettes de dimensions (longitudinal, radial, tangentiel) : 10 répliquats ont été utilisés pour les essais de lessivage (25x15x5 mm³), de gonflement et d'ASE (20x20x20 mm³), de flexion (400x20x20mm³), 20 répliquats pour la résistance fongique (50x25x15 mm³). Avant chaque traitement, les échantillons ont été amenés à l'état anhydre dans une étuve à 103°C, puis pesés (m_0) et mesurés (L,R,T) afin d'en déterminer le volume (V_i).

Traitement et caractérisation du traitement

Les solutions de traitements ont été réalisées par dissolution des réactifs, selon un rapport molaire acide/alcool = 1,2) à 25% dans l'eau jusqu'à l'obtention d'un mélange homogène. Les différentes formulations de traitement testées sont présentées dans le tableau 1. Les éprouvettes ont été imprégnées par un procédé vide (1h à 0,01 MPa) /pression (15h à 5 bars) puis pesées (m_1). Pour la polymérisation, les éprouvettes ont été placées dans une étuve réglée à la température choisie pendant la durée choisie, soit à l'air, soit en l'absence d'oxygène, puis de

nouveau pesées (m_2) et mesurées (V_f). Après traitement, les éprouvettes ont été stabilisées en atmosphère normale (20°C, 65% RH).

Le taux d'impregnation (TI) pour chaque éprouvette est obtenu par l'équation (Eq 1). Le gain massique (WPG) après polymérisation est calculé par l'équation (Eq 2). Le gonflement engendré par le traitement noté BC (bulking coefficient) est déterminé par l'équation (Eq 3).

Caractérisation des propriétés conférées

Pour vérifier l'absence de lessivage, les échantillons sont plongés dans un flacon bouché sous agitation (rapport volume matière/volume d'eau) =1/5. L'eau est renouvelée par intervalles successifs de 1h, 2h, 4h, 8h, 16h, procédure adaptée de la norme NF X 41-568 (2014). Puis les éprouvettes sont séchées à l'état anhydre et pesées (m_3). Le taux de lessivage (LR) est alors calculé selon l'équation (Eq 4).

Le gonflement dans l'eau est mesuré en saturant d'eau les éprouvettes traitées et les contrôles dans l'eau (vide/pression) jusqu'à masse constante, puis en mesurant les dimensions acquises par les éprouvettes. Le gonflement des éprouvettes contrôles (S_0) et des éprouvettes traitées (S_1) sont déterminés en calculant le ratio variation de volume entre l'état saturé et anhydre / volume anhydre. L'efficacité anti-gonflement est déduite de ces valeurs selon l'équation Eq 5.

$TI = \frac{(m_1 - m_0)}{m_0} * 100$	Eq 1	$WPG = \frac{(m_2 - m_0)}{m_0} * 100$	Eq 2
$BC = \frac{(V_f - V_i)}{V_i} * 100$	Eq 3	$LR = \frac{(m_2 - m_3)}{(m_2 - m_0)} * 100$	Eq 4
$ASE = \frac{(S_0 - S_1)}{S_0} * 100$	Eq 5	$ML = \frac{(m_2 - m_4)}{m_2} * 100$	Eq 6

Fig. 1 : Equations utilisées pour la caractérisation des traitements

Les propriétés en flexion sont déterminées sur un banc INSTRON par de la flexion 4 points. Les éprouvettes ont au préalable été conditionnées 7 jours à 20°C, 65% d'humidité. Les essais sont pilotés par la vitesse d'avance de la traverse 3mm/min et se terminent à la rupture de l'éprouvette, on note alors la force maximale à la rupture (en kN). Contrainte de rupture et module d'élasticité sont déterminés d'après la norme NF-B51-008.

Les essais de résistance fongique sont exécutés selon la norme EN 113 (1996) avec la souche *Coriolus versicolor* champignon de pourriture blanche auquel le hêtre est particulièrement sensible. Avant l'essai de dégradation, les éprouvettes sont soumises à un cycle de lessivage décrit dans la norme EN84 (1997). Après stérilisation aux rayons gamma, les éprouvettes de masse m_3 sont disposées dans un flacon contenant le milieu de culture malt/agar inoculé, de telle manière que le bois ne soit pas en contact direct avec le champignon (support grillagé). Des témoins de virulence (10 éprouvettes non traitées) subissent la même exposition. Toutes les éprouvettes sont exposées pendant 16 semaines, au bout desquelles le mycélium déposé est retiré, puis placées à l'étuve à 103°C jusqu'à l'état anhydre et leur masse mesurée (m_4). La perte de masse (ML) est calculée selon l'équation 6.

Résultats et discussion

Les taux d'impregnation sont constants autour de 100+/- 5% quelque soient les traitements employés. Les gains de masse obtenus, mentionnés dans le tableau 1 sont par contre variables.

Tab. 1 : formulations, traitements et performances mesurées

N°	formulation	conditions	WPG (%)	BC (%)	LR (%)	ASE (%)	Fmax (KN)	E (GPa)	ML (%)
1	Acide citrique/glycerol	170°C, 24h, air	12	9,5	0.27	65.5	2.09	25.8	5
2	Acide citrique / glycerol (+ catalyseur APTS)	130°C, 3j, air	18	10,4	0.30	56.0	2.95	32.1	nd
3	Acide citrique /hexanediol	170°C, 24h ,air	14	5,2	0.34	64.4	2.19	25.5	2
4	Acide citrique / glycerol	170°C, privé d'air	8	nd	180	nd	nd	nd	nd

Compte tenu du taux d'imprégnation obtenu et de la concentration initiale en réactif des gains de masse avoisinant 25% étaient attendus. Les mesures réalisées dévoilent des valeurs plus faibles. Plusieurs raisons peuvent en être à l'origine : la réaction mise en jeu est une estérification, avec départ d'eau, donc une perte de matière est inévitable lors de la polymérisation. Mais deux autres raisons principales peuvent être avancées : il est connu que le bois se dégrade lors d'un traitement thermique, et ce d'autant plus que la température est élevée et que le milieu est acide, favorisant l'hydrolyse des polysaccharides (Hill, 2006). Tab 1 montre en effet qu'un traitement à 130°C donne un WPG significativement plus élevé qu'à 170°C. D'autre part, il est possible que les réactifs s'évaporent ou se dégradent partiellement avant d'avoir réagi (Halpern, 2014). Il semble donc préférable de ne pas traiter à trop haute température. Enfin, l'essai mené en l'absence d'air a probablement entravé le départ de l'eau, co-produit de la réaction d'estérification, ce qui a défavorisé la réaction, résultant sur un WPG très faible. Les valeurs de BC montrent que les parois cellulaires demeurent dans un état gonflé (10% de gonflement par rapport au non traité). Ces résultats sont proches de ceux obtenus par Larnoy (2018) qui utilise un traitement citrique/sorbitol. L'utilisation de l'hexanediol moins polaire que le glycérol semble réduire cet effet.

Les taux de lixiviation (LR) restent inférieures à 0,30% ce qui montre que le produit est bien fixé, excepté pour le traitement réalisé en absence d'air, pour lequel une valeur de 130% a été obtenu. Dans ce dernier cas, non seulement le produit imprégné se lessive totalement, mais aussi une partie des composants du bois semble s'être dégradée au point d'être lessivables. Pour la suite des essais, ce traitement n'a pas été retenu.

La stabilité dimensionnelle atteint une valeur de 65% ($\pm 0,5$) pour les traitements réalisés à 170°C (lignes 1 et 2 tab 1), elle est de 56% pour le traitement catalysé mené à 130°C, ce qui semble montrer que l'augmentation de la température de traitement a un impact favorable. Ces résultats sont comparables à ceux obtenus par d'autres traitements (Hill, 2006). Des essais témoins à 130°C et 170°C sans imprégnation préalable confèrent une ASE respectivement de 15 et 17%. Il est connu que le traitement thermique du bois améliore sa stabilité dimensionnelle (Hill, 2006), cela permet de montrer la contribution significative du produit d'imprégnation au gain en stabilité, même si l'on ne peut pas exclure une synergie d'effets estérification/traitement thermique du bois.

Concernant les essais de flexion, la première observation que l'on peut faire est que la capacité de déformation plastique du bois disparaît, il devient plus cassant. D'autre part, les 2 traitements effectués à 170°C, au glycérol et à l'hexanediol, confèrent, par rapport au bois témoin, une diminution de la résistance à la rupture respectivement de 21% et 18%, et le module d'Young ne varie pas significativement. De manière surprenante, le traitement mené à 130°C confère à la fois une augmentation de la résistance à la rupture de 10% et du module d'élasticité de 30%, ce qui montre l'intérêt de limiter la température de traitement. On peut faire l'hypothèse qu'à ce niveau de température assez bas, les dégradations du bois dues au traitement thermique sont assez mineures et largement compensées par le renforcement polymère. Ces tendances confirment les précédents résultats obtenus par L'Hostis et al. (2018).

Les essais de biodégradation menés sur les formulations 1 et 3 (tab 1) montrent l'efficacité du traitement, avec une perte de masse inférieure à 5% alors que les échantillons contrôle sont consommés à hauteur de 26% par le champignon.

Conclusion et perspectives

En conclusion, ce travail permet de confirmer que le traitement « CIGAL » (acide citrique /glyc^érol) est efficace pour améliorer la stabilité dimensionnelle du bois, qu'il est persistant même en conditions de saturation d'eau. Il est préférable de le mettre en œuvre à une température de 130°C que 170°C pour des raisons de résistance mécanique. Une contrepartie est la rigidification du matériau. Le remplacement du glycérol par l'hexanediol pour maintenir la plasticité n'a pas été concluant, mais il faudrait reproduire l'essai à une température plus basse. Des recherches ultérieures doivent également s'attacher à diminuer les temps de cuisson par la recherche de catalyseurs.

Références

- Albino C., Chaumat, G. (2012). Brevet N° 12 02487 N° de Publication en France 2 995 549. Procédé de traitement de consolidation et de stabilisation d'un substrat comprenant du bois par réaction chimique entre l'acide citrique et de glycérol in situ.
- Hill C.A.S. (2006). Wood modification, Chemical, thermal and other processes, Wiley.
- Halpern, J.M., Urbanski, R., Weinstock, A.K., Iwig, D.F., Mathers, R.T., and von Recum, H.A. (2014). A biodegradable thermoset polymer made by esterification of citric acid and glycerol. *J. Biomed. Mater. Res. A* 102:1467–1477.
- Larnøy E., Karaca A., Gobakken L. R., Hill C. A. S. (2018). Polyesterification of wood using sorbitol and citric acid under aqueous conditions. *Int. Wood Prod. J.* 9:66-73.
- L'Hostis, C. Thevenon, M.F., Fredon, E. and Gerardin, P. (2018). Improvement of beech wood properties by in situ formation of polyesters of citric acid and tartaric acid in combination with glycerol. *Holzforschung* 72:291-299.
- NF-B51-008 (2017). Bois - Essai de flexion statique - Détermination de la résistance à la flexion statique de petites éprouvettes sans défaut.
- NF EN 84 (1997). Produits de préservation du bois - Épreuves de vieillissement accéléré des bois traités avant essais biologiques - Épreuve de délavage.
- NF X 41-568 (2014). Produits de préservation du bois - Méthode de laboratoire pour obtenir des échantillons pour analyse pour mesurer les pertes après délavage à l'eau ou à l'eau de mer synthétique, AFNOR.
- NF EN 113 (1996). Durabilité du bois et des matériaux dérivés du bois - Méthode d'essai vis-à-vis des champignons basidiomycètes.
- Sandberg D., Kutnar A. and Mantanis G. (2017). Wood modification technologies - a review. *iForest* 10:895-908.

B03 : Etude d'un procédé de polymérisation in situ de monomères biosourcés dans le bois de hêtre en vue d'améliorer ses performances

CHABERT Adèle¹, FREDON Emmanuel¹, REMOND Romain¹

¹Université de Lorraine, LERMAB, ENSTIB, 27 rue Philippe Séguin, 88051 Epinal, France

adele.chabert@univ-lorraine.fr

Mots clefs : polymérisation in-situ, polyesters, bois, imprégnation, séchage, transferts couplés

Contexte et objectif

Dans un monde évoluant vers une utilisation plus importante et plus intelligente des ressources dites renouvelables, le bois fait partie intégrante de cette dynamique. Certaines essences abondantes en volume sur pied, comme le bois de hêtre sont des espèces peu durables et très nerveuses (hygro-variations importantes), empêchant une utilisation telle quelle à l'extérieur ou comme matériau de structure. Pour lui conférer de nouvelles propriétés et étendre ses domaines d'utilisation différents traitements sont maintenant utilisés, thermique, chimique, surfacique et d'imprégnation (Hill 2006).

Ces dernières années, la recherche s'est concentrée sur des traitements ayant pour but d'améliorer les propriétés grâce à une modification au niveau de la microstructure. Ces traitements sont utilisés pour diminuer la sensibilité du bois aux biodégradations et améliorer sa stabilité dimensionnelle. La plupart des traitements actuels sont sous forme aqueuse ou avec un solvant (Salminen et al. 2014). Bien que les traitements à base de solvant aient montré leurs efficacité (Kurt et Tomak 2019), leurs toxicités posent des problèmes et ne s'inscrivent pas dans une idée de chimie verte. Des traitements s'inscrivant dans cette démarche ont déjà été étudié précédemment (L'hostis 2017) (Grosse, s. d.) (Essoua Essoua et al. 2016) (Morard et al. 2007). Les réactions d'estérification, entre un acide dicarboxylique et un polyol, donnent un polymère capable de se lier dans la paroi cellulaire du bois car les molécules utilisées peuvent pénétrer ces parois (Wallström et Lindberg 1999). Ces traitements ont montré qu'ils donnaient des résultats satisfaisants en terme de résistance aux attaques fongiques et pour l'amélioration de la stabilité dimensionnelle (L'hostis 2017) (Dieste, Krause, et Militz 2008) (Dieste et al. 2008).

L'autre étape importante dans la réussite du traitement dans sa globalité, est le séchage- cuisson. Quand le bois est séché en étant imbibé, il a été montré que des micro-fractures se produisent et donc ont un impact sur les propriétés (Kifetew et al. 1998). Une étude a montré que des conditions différentes de séchage, amènent à une hétérogénéité plus ou moins forte du traitement des échantillons (Klüppel et Mai 2013).

Les objectifs de cette thèse sont d'adapter de nouveaux traitements de protection du bois basés sur la formation in situ de polyester bio-sourcés en vue d'une implémentation industrielle. Ce travail fait suite aux travaux de thèse de C. L'hostis (2017). Différentes formulations et différents processus de mise en œuvre seront testés, modélisés et explicités selon les géométries standard des avivés utilisés dans l'industrie.

Les traitements et processus seront définis en gardant comme fil directeur une mise en œuvre « simple » pour faciliter le changement d'échelle (laboratoire → industrie). Cela implique de penser à l'adaptabilité sur toute la ligne de production.

Démarche

Dans cette thèse il y a quatre étapes distinctes (Fig 1).

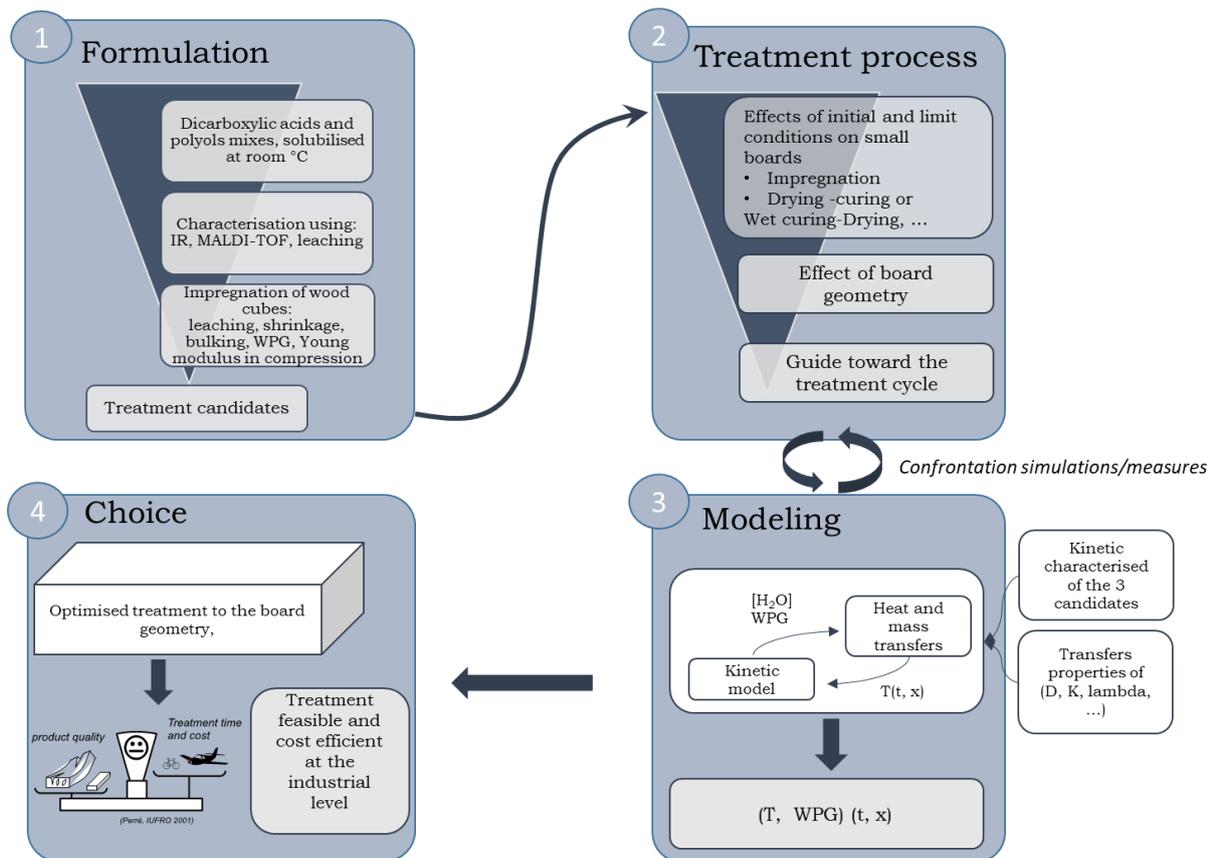


Figure 1 Schéma du déroulement de la thèse

1) La première vise à travailler sur la formulation, pour définir les traitements à fort potentiel selon notre cahier des charges (biosourcé - propriétés conférées - coût et simplicité du traitement). Les propriétés de base sur lesquels nous regarderons l'effet du traitement sont : (i) la stabilité dimensionnelle (ASE), (ii) la résistance au lessivage, (iii) des essais mécaniques de flexion et de compression, (iiii) des essais de dureté.

Ce filtre sur les différentes formulations devrait nous permettre d'isoler pas plus de trois traitements pour la poursuite du projet.

2) La seconde consistera à étudier le processus de traitement post imprégnation, c'est-à-dire le cycle de séchage et la cuisson. Ici, se posent les questions de l'effet de l'humidité initiale et de la géométrie des planches qui peuvent introduire une hétérogénéité du traitement intra- et inter-planches au niveau industriel.

3) La troisième vise à modéliser les transferts couplés masse-chaleur et la cinétique de l'estérification au sein d'une planche lors du traitement pour tenter de prévoir l'intensité du traitement (WPG), son homogénéité en fonction de la géométrie de planche et du cycle de traitement adopté (séchage - température de la cuisson).

4) Grâce à ces trois étapes, la dernière partie consistera à :

- Choisir un traitement pour une géométrie de planche définie
- Définir la faisabilité technique des traitements définis

- Etudier la faisabilité économique
- Rédiger un guide global destiné à une potentielle utilisation industrielle

Résultats obtenus

A l'issue de de l'étape 1 de la thèse (Formulation) les résultats suivants ont été obtenus. Les résultats de WPG indiquent une bonne imprégnation du polyester dans le bois, entre 32% et 40%. Les valeurs d'ASE atteignent des valeurs supérieures à 60%.

Les valeurs de résistance de lessivage sont comprises entre 0.05% et 4%. La dureté des échantillons traités est augmentée, comparé aux valeurs de dureté du Hêtre natif. Les modules d'Young en compression transversale sont compris entre 760 et 982MPa.

Résultats attendus

L'étape 2 de la thèse sera conduite avec les deux ou trois traitements jugés satisfaisant en termes d'amélioration de stabilité dimensionnelle et de propriété mécanique. Cette étape consistera en l'étude des paramètres d'imprégnation, de séchage, et des dimensions des échantillons. Cette étape mènera à la modélisation des phénomènes thermodynamique et l'impact des dimensions de la planche sur ceux-ci.

Références

Dieste, Andrés, Andreas Krause, Susanne Bollmus, et Holger Militz. 2008. « Physical and Mechanical Properties of Plywood Produced with 1,3-Dimethylol-4,5-Dihydroxyethyleneurea (DMDHEU)-Modified Veneers of *Betula Sp.* and *Fagus Sylvatica* ». *Holz Als Roh- Und Werkstoff* 66 (4): 281-87.

Dieste, Andrés, Andreas Krause, et Holger Militz. 2008. « Modification of *Fagus Sylvatica* (L.) with 1,3-Dimethylol-4,5-Dihydroxyethylene Urea (DMDHEU): Part 1. Estimation of Heat Adsorption by the Isothermic Method (Hailwood-Horrobin Model) and by Solution Calorimetry ». *Holzforschung* 62 (5).

Essoua Essoua, Gatien Geraud, Pierre Blanchet, Veronic Landry, et Robert Beauregard. 2016. « Pine Wood Treated with a Citric Acid and Glycerol Mixture: Biomaterial Performance Improved by a Bio-Byproduct ». *BioResources* 11 (2)

Grosse, Charlotte. s. d. « Development of innovative bio-based treatments for wood modification with bio-polyesters », 196p.

Hill, Callum. 2006. *Wood Modification*. John Wiley & Sons, Ltd.

Kifetew, G., F. Thuvander, L. Berglund, et H. Lindberg. 1998. « The Effect of Drying on Wood Fracture Surfaces from Specimens Loaded in Wet Condition ». *Wood Science and Technology* 32 (2): 83-94.

Klüppel, André, et Carsten Mai. 2013. « The Influence of Curing Conditions on the Chemical Distribution in Wood Modified with Thermosetting Resins ». *Wood Science and Technology* 47 (3): 643-58.

Kurt, Ramazan, Eylem D. Tomak. 2019. « The effect of DMDHEU modification on physical and biological properties of parallel strand lumbers ». *Construction and Building Materials* 195 (janvier): 497-504.

L'Hostis, Clément. 2017. « Développement de nouveaux traitements non-biocides de protection du bois basés sur la formation in situ de polyesters bio-sourcés ». Thesis, Université de Lorraine. <http://www.theses.fr/2017LORR0319>.

Morard, M., C. Vaca-Garcia, M. Stevens, J. Van Acker, O. Pignolet, et E. Borredon. 2007. « Durability Improvement of Wood by Treatment with Methyl Alkenoate Succinic Anhydrides (M-ASA) of Vegetable Origin ». *International Biodeterioration & Biodegradation* 59 (2): 103-10.

Salminen, Esa, Risto Valo, Maarit Korhonen, et Rikard Jernlås. 2014. *Wood Preservation with Chemicals: Best Available Techniques (BAT)*. Nordic Council of Ministers.

Wallström, L., et K. A. H. Lindberg. 1999. « Measurement of Cell Wall Penetration in Wood of Water-Based Chemicals Using SEM/EDS and STEM/EDS Technique ». *Wood Science and Technology* 33 (2): 111-22.

B04 : Biocatalyseurs microbiens pour la détoxification de bois traités (BioMic). Mise au point du dispositif expérimental de suivi de détoxification de bois de pin traité au Tanalith E3474

CLAUDIEN Kevin¹, BESSERER Arnaud², SAKER Safwan³, DUMARCAIS Stéphane², GERARDIN Philippe², SORMANI Rodnay¹, DEVEAU Aurélie¹, ROUHIER Mélanie¹

¹ Laboratoire IAM, Faculté des Sciences et Technologies Boulevard des Aiguillettes 54506 Vandoeuvre lès Nancy Cedex-France

² LERMAB, Faculté des Sciences et Technologies Boulevard des Aiguillettes 54506 Vandoeuvre lès Nancy Cedex-France

³ CRITT bois, 27 rue Philippe Seguin 88000 Epinal

kevin.claudien@orange.fr

Mots clefs : Bioremédiation ; bois imprégnés en autoclave ; pourriture blanche

Contexte et objectifs

L'utilisation du bois dans la construction a été possible ces dernières décennies grâce à l'utilisation de produits chimiques de préservation. Ces composés permettent d'augmenter la durabilité du bois en service confronté aux attaques fongiques. Depuis la directive européenne 98/8/ec, l'utilisation du créosote et du CCA est formellement interdite pour le traitement des bois. Ces produits ont été remplacés par des formulations contenant des sels de cuivre et des composés organiques (pyrethrinoides, azoles, ammoniums quaternaires). Chaque année en France, l'industrie du bois dans le domaine de la construction génère environ 6 millions de tonnes de déchets dont 1,4 millions sont des bois traités (ADEME, 2017 ; CODIFAB, FCBA, 2014). Cette biomasse est actuellement gérée par incinération spécifique (ICPE 2770) ou enfouissement et aucun processus de recyclage et de valorisation n'est possible à cause de la toxicité environnementale des composés utilisés.

En plus de sécréter des enzymes capables de dégrader la lignine et les sucres complexes du bois, les champignons de pourriture blanche comme *Phanerochaete chrysosporium* possèdent des systèmes intracellulaires surdéveloppés de détoxification des intermédiaires de dégradation du bois. Cela en fait un modèle d'étude en bioremédiation.

L'objectif à long terme de ce projet est d'identifier et caractériser des acteurs moléculaires potentiellement impliqués dans la dégradation des produits de préservation résiduels dans des bois en « fin de vie » afin de pouvoir recycler et valoriser cette ressource.

Matériel et méthodes

Le système d'étude modèle du projet est constitué par le Pin sylvestre (*Pinus sylvestris*) traité par le Tanalith E3474 pour la classe d'emploi 4 selon la norme EN 599 et d'un consortium de microorganismes composé de *Phanerochaete chrysosporium* et 10 souches de bactéries appartenant aux genres *Burkholderia* et *Dyella* isolées lors d'une étude précédente (Hervé *et al.*, 2014 et 2016). La composition du Tanalith E3474 est accessible sur le site du ctbp+ (<https://ctbplus.fr/fr/certification.php>). Des milieux liquides constitués de milieu malt 2% (m/v) + sciure traitée 4% (m/v) ; volume = 25mL ont été incubés pendant 8 jours à 28°C sous agitation (30 rpm) en présence de *P. chrysosporium* et du consortium bactérien seuls ou en mélange afin de suivre le processus de détoxification de sciure traitée par les microorganismes.

La quantité du cuivre désorbé du bois et passant dans le milieu extracellulaire est déterminée par spectrophotométrie ($\lambda_{\max} = 550\text{nm}$) grâce à l'utilisation du 1-(2-pyridylazo)-2-naphthol (PAN). Ce composé peut chélater des métaux tels que le cuivre, formant un complexe pouvant être détecté et dosé par spectrophotométrie. La condition Ctl (Fig. 2) est le contrôle négatif, cet échantillon n'est composé que de malt 2% et de sciure, il représente donc la quantité de cuivre libérée par le lessivage mécanique dû à l'agitation. Pc signifie *P. chrysosporium*, cet échantillon contient le champignon seul en présence de sciure dans du malt 2%. L'échantillon 10B contient les 10 souches bactériennes sans le champignon et l'échantillon Pc+10B représente le consortium champignon + bactéries.

La production de sidérophores par *P. chrysosporium* et les bactéries a été investiguée par le test utilisant un milieu CAS (ChromAzurool S) (Louden *et al.*, 2011). Ce milieu de couleur bleue due au complexe HDTMA/Fe/CAS subit un changement de couleur du bleu à l'orange lorsque le fer est retiré du complexe par chélation au sidérophore.

Résultats et discussion

Des tests de croissance sur milieu malt/agar additionné de Tanalith E3474 à différentes concentrations ont montré que *P. chrysosporium* est capable de résister à de fortes concentrations en comparaison à d'autres champignons de pourriture blanche et brune (Fig. 1) :

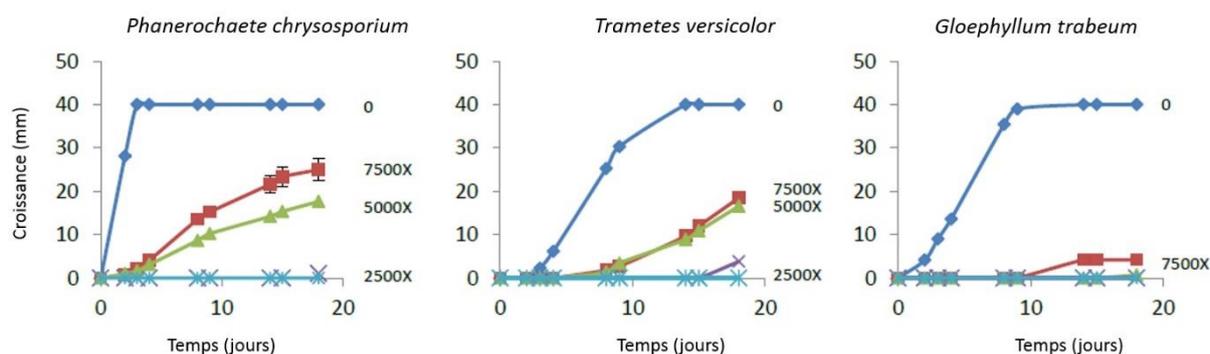


Fig.7 : Croissance de 3 souches fongiques en présence de Tanalith E3474 à différentes dilutions (de 2500 à 7500 X). La croissance est appréciée grâce à la mesure du diamètre de la colonie.

Résultats et discussion

P. chrysosporium et les souches bactériennes sont donc tantôt incubées seuls et tantôt en consortium en présence de sciure traitée afin d'évaluer le potentiel effet de chacun des microorganismes. L'échantillon contenant les souches bactériennes seules montrent un profil comparable à celui du témoin.

Toutes les valeurs de cuivre mesurées dans le milieu contenant *P. chrysosporium* seul ou en consortium avec les bactéries sont inférieures à celles du contrôle. Cela indique que le cuivre libéré par lessivage pourrait être internalisé ou complexé de manière extracellulaire par le champignon et les bactéries. Il a souvent été décrit qu'un consortium microbien est plus efficace qu'une espèce seule dans les processus de détoxification, principalement grâce à l'activation de voies enzymatiques cryptiques (Gu *et al.*, 2017). C'est pourquoi 10 souches bactériennes ont été isolées de *P. chrysosporium* cultivé sur du bois après 3 séries d'enrichissement à partir d'une suspension de sol forestier (Hervé *et al.*, 2014 and 2016). Ces 10 souches, du genre *Burkholderia* et *Dyella*, seront utilisées dans un consortium avec le champignon dans le processus de détoxification, notamment pour leur capacité potentielle à produire des molécules chélatrices de métaux tels que les sidérophores, pouvant être impliqués dans la désorption du cuivre contenu dans les produits de traitement.

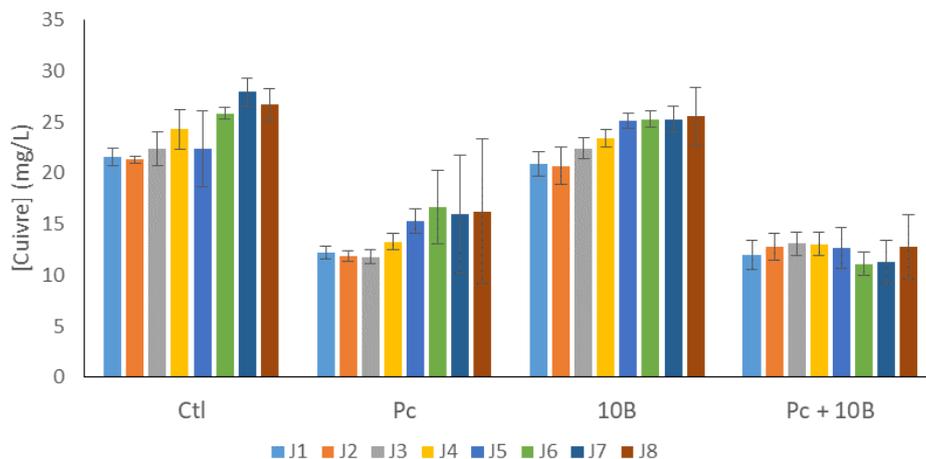


Fig. 2 : Libération du cuivre dans le milieu extracellulaire (mg/L) en fonction du temps. Chaque couleur représente un jour de mesure, les mesures sont effectuées une fois par jour pendant 8 jours.

Ctl = malt 2% + sciure ; Pc = malt 2 % + sciure + *P. chrysosporium* ; 10B = malt 2% + sciure + 10 souches bactériennes ; Pc+10B = malt 2% + sciure + *P. chrysosporium* + 10 souches bactériennes

Afin de déterminer si *P. chrysosporium* ou les 10 souches bactériennes produisent des sidérophores potentiellement impliqués dans la désorption du cuivre, un test utilisant le réactif CAS est utilisé. *P. chrysosporium* et les souches bactériennes sont cultivés ensemble ou séparément en présence de sciure traitée ou non afin d'identifier une éventuelle production de sidérophores dans le milieu extracellulaire. La Fig. 3 montre qu'une ou plusieurs des 10 souches bactériennes produiraient des sidérophores en présence de sciure non traitée. Ce phénomène est d'autant plus important en présence de *P. chrysosporium*. Cependant, la Fig. 4 indique que la présence de cuivre dans le milieu interagit avec le milieu CAS car des halos bleus apparaissent autour de chaque échantillon contenant de la sciure traitée. Il peut être noté que la chélation du cuivre par les microorganismes seuls ou en consortia n'est pas suffisante pour chélater l'ensemble du cuivre présent dans le milieu.

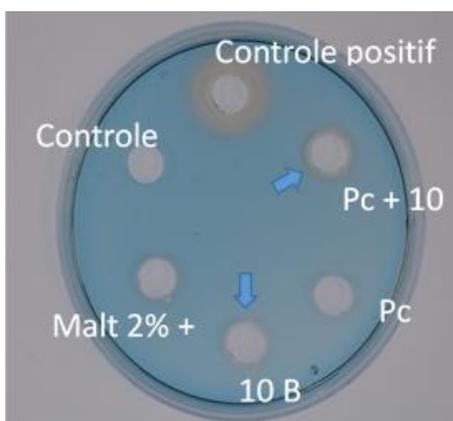


Fig 3 : Test CAS sur les surnageants de culture en présence de sciure non traitée. la précipitation caractéristique de détection de sidérophores (non montré ici).

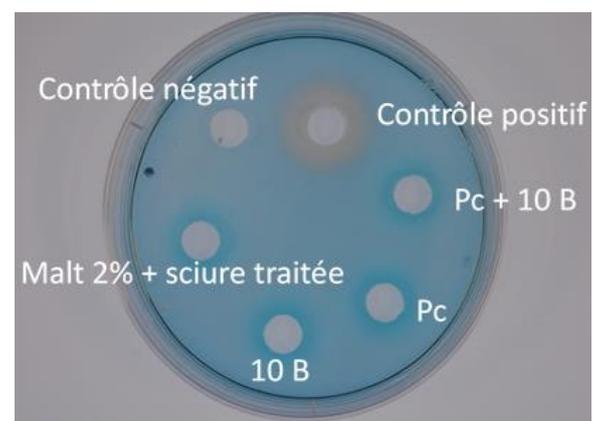


Fig 4 : Test CAS sur les surnageants de culture en présence de sciure traitée

Conclusion et perspectives

Le choix du milieu de culture et de la température de croissance représente des paramètres déterminants car ils peuvent influencer la capacité des microorganismes à détoxifier la sciure de bois traité. En effet, un milieu riche tel que le malt pourrait empêcher l'expression de certains gènes codant pour des enzymes pouvant être impliquées dans le phénomène de détoxification et dont la production serait stimulée en milieu minimum. Un milieu minimum est un milieu contenant les éléments organiques et minéraux strictement nécessaires à la croissance des microorganismes et en quantité limitée, créant alors un stress pouvant déclencher la production d'enzymes de détoxification. Dans le même temps, un milieu minimum peut favoriser la production d'enzymes de dégradation du bois (en plus de celles impliquées dans la détoxification). Ce phénomène conduirait à une destruction partielle ou totale du matériau bois et ainsi une dégradation des polymères intéressants dans le cadre d'une revalorisation du bois, tels que la lignine ou la cellulose.

La granulométrie de bois sélectionnée arbitrairement (500 µm) entraîne un phénomène de lessivage important qui interfère avec l'action des microorganismes et complique l'étude du mécanisme. La possible internalisation ou fixation du cuivre par *P. chrysosporium* est en accord avec des travaux antérieurs qui ont montré que *P. chrysosporium* est capable d'assimiler des métaux (cuivre, cadmium, zinc) en solution aqueuse (Chen *et al.*, 2012).

Le rôle des bactéries n'est ici pas résolu, excepté le premier élément de réponse apporté par l'investigation de la production de sidérophores. Ici on utilise une méthode de détection des sidérophores chélatant le fer, et non pas le cuivre. Il a été montré que la pyochéline (un des 2 sidérophores majeurs chez *P. aeruginosa*) est capable de chélater le fer mais aussi d'autres métaux tels que le zinc ou le cuivre (Brandel *et al.*, 2012). Ainsi le test de détection pourrait être modifié en remplaçant le fer par le cuivre dans le milieu gélosé CAS, indiquant ainsi la présence de sidérophores chélatant le cuivre. Une recherche AntiSMASH pourrait être entreprise pour identifier des séquences génétiques candidates à la production de telles molécules. Cette recherche pourra aussi être conduite et approfondie sur les séquences génomiques de *P. chrysosporium* grâce à la version « FungiSMASH ».

Enfin, le devenir des triazoles contenus dans la solution de traitement Tanalith E3474 n'a pas encore été élucidé. La quantification par LC ou GC-MS sera utile au moment de réaliser des bilans de matière concernant les triazoles, ainsi que pour l'identification de leurs éventuels produits de dégradation après action des microorganismes.

Références

- Gu, H., Chen, Y., Liu, X., Wang, H., Shen-Tu, J., Wu, L., Zeng, L., Xu, J., 2017. The effective migration of *Massilia* sp. WF1 by *Phanerochaete chrysosporium* and its phenanthrene biodegradation in soil. *Sci. Total Environ.* 593–594, 695–703. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2017.03.205>
- Hervé, V., Le Roux, X., Uroz, S., Gelhaye, E., Frey-Klett, P., 2014. Diversity and structure of bacterial communities associated with *Phanerochaete chrysosporium* during wood decay. *Environ. Microbiol.* 16, 2238–2252. <https://doi.org/10.1111/1462-2920.12347>
- Impact of *Phanerochaete chrysosporium* on the Functional Diversity of Bacterial Communities Associated with Decaying Wood [WWW Document], n.d. URL <https://journals.plos.org/plosone/article?id=10.1371/journal.pone.0147100> (accessed 10.7.19).
- Louden, B.C., Haarmann, D., Lynne, A.M., 2011. Use of Blue Agar CAS Assay for Siderophore Detection. *J Microbiol Biol Educ* 12, 51–53. <https://doi.org/10.1128/jmbe.v12i1.249>

Chen, G., Fan, J., Liu, R., Zeng, G., Chen, A., Zou, Z., 2012. Removal of Cd(II), Cu(II) and Zn(II) from aqueous solutions by live *Phanerochaete chrysosporium*. Environ Technol 33, 2653–2659. <https://doi.org/10.1080/09593330.2012.673015>

Brandel, J., Humbert, N., Elhabiri, M., Schalk, I.J., Mislin, G.L.A., Albrecht-Gary, A.-M., 2012. Pyochelin, a siderophore of *Pseudomonas aeruginosa*: physicochemical characterization of the iron(III), copper(II) and zinc(II) complexes. Dalton Trans 41, 2820–2834. <https://doi.org/10.1039/c1dt11804h>

B05 : Etude des transferts d'humidité et de chaleur dans une paroi à colombages

FRANCOIS Alice¹, MOUGEL Eric¹, RÉMOND Romain¹

¹ Université de Lorraine, LERMAB, ENSTIB, 27 rue Philippe Séguin, 88051 Epinal, France

romain.remond@univ-lorraine.fr

Mots clés : rénovation thermique ; patrimoine ; colombage ; transferts chaleur-masse ; mesures ; simulation

Contexte et objectifs

Aujourd'hui la préoccupation environnementale est de plus en plus grande et de nombreuses lois en faveur d'une diminution des impacts apparaissent. Certaines d'entre elles concernent la transition énergétique et visent à rénover les maisons aux déperditions thermiques trop importantes, dont les maisons à colombages font partie.

Dans l'optique de rénover ces bâtiments tout en préservant l'héritage culturel architectural, une isolation thermique par l'intérieur (ITI) est envisageable. Cependant, l'ITI de ces bâtiments peut avoir des conséquences néfastes pour la pérennité de la structure à pans de bois ayant jusqu'ici survécu aux agressions du climat. En effet, l'ajout d'un isolant et d'un frein vapeur vont modifier de manière importante les transferts d'humidité au sein de la paroi, qui se retrouve plus froide après rénovation et avec une capacité de séchage réduite.

Pour aider la profession dans la mise en place d'une ITI pour les maisons à colombages, il est important de comprendre l'impact de l'ITI sur le comportement thermo-hydrrique de ce type de paroi. Ce travail vise donc à caractériser le comportement d'une paroi soumise à différentes ambiances climatiques, avant et après rénovation thermique. Afin de pouvoir répondre aux nombreuses configurations possibles, la modélisation numérique des transferts d'humidité et de chaleur est utilisée. Après validation des prédictions du modèle, il peut s'avérer être un outil d'aide précieux pour la future rénovation de tels bâtis.

Démarche adoptée pour répondre à cette problématique

Une paroi à colombage a été réalisée par un artisan de Maisons Paysannes de France (MPF) et instrumentée lors de sa réalisation de sondes de température et d'humidité relative. Elle est divisée en 4 zones afin d'étudier plusieurs configurations possibles (Fig. 1) :

- Zone 1 : torchis allégé, pans de bois apparent
- Zone 2 : torchis allégé, pans de bois semi-apparent
- Zone 3 : torchis normal, pans de bois semi-apparent
- Zone 4 : torchis normal, pans de bois apparent



Fig. 1 : Montage du mur à colombages sur site pour la mise en place des sondes

Le torchis, les enduits, et le chêne utilisé pour l'ossature doivent être caractérisés (étape 1 – Fig. 2) afin de pouvoir alimenter le modèle et simuler le comportement de la paroi. Le modèle utilisé dans ce travail est le logiciel commercial Wufi pro (Fraunhofer Institute-IBP, Holzkirchen, Allemagne) (étape 2 – Fig. 2).

Les conditions aux limites de part et d'autre de la paroi sont contrôlées grâce à la double enceinte du LERMAB (étape 3 – Fig. 2). Différents scénarios sont testés pour caractériser le comportement de la paroi en été, en intersaison et en hiver.

Les conditions aux limites, les profils de température et d'humidité dans la paroi sont suivis au cours du temps (sondes SHT75-sensirion) ainsi que le champ de température à la surface de la paroi (caméra IR). Les résultats expérimentaux obtenus sont comparés avec ceux du modèle (étape 4. Fig. 2) afin de valider ses prédictions, et/ou pour la mesure de certains paramètres physiques par méthode inverse.

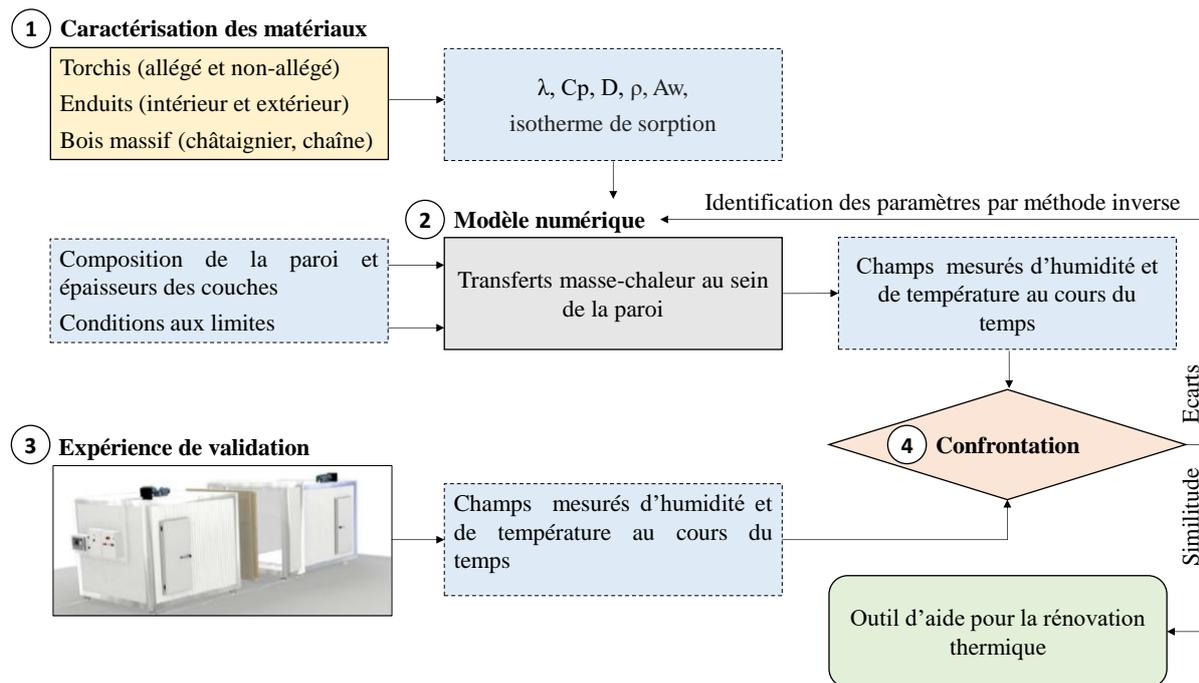


Fig. 2 : Schéma de principe des travaux menés pour répondre à cette problématique

Perspectives

Les essais sur la paroi sont en cours, ils devraient durer 6 mois. Un système d'humidification de la face extérieure de la paroi va être mis en place pour reproduire la pluie battante dans le but d'être le plus proche possible des agressions réelles pouvant être subies par la paroi. Enfin, une isolation sera mise en place pour constater l'impact d'une ITI sur les déperditions thermiques.

Remerciements

Ce travail bénéficie d'un financement de l'Ademe dans le cadre du projet BAUCH (Bâtiments Anciens à colombages et calcul du coefficient U des murs par bilan de Chaleur et d'Humidité).

B06 : Caractérisation multiéchelle du bois de peuplier exposé à la vapeur

BESSERER Arnaud¹, RIMI Khaoula¹, SAKER Safwan², LALLEMAND Julien¹, BROSSE Nicolas¹

¹LERMAB, Faculté des Sciences et Technologies Boulevard des Aiguillettes 54506
Vandoeuvre lès Nancy Cedex-France

² CRITT bois, 27 rue Philippe Seguin 88000 Epinal
arnaud.besserer@univ-lorraine.fr

Mots clés : Prétraitement biomasse ; valorisation biochimique ; explosion de vapeur ; saccharification

Contexte et objectifs

La substitution des produits pétro sourcés par des produits issus de la biomasse constitue un enjeu majeur dans un contexte d'économie circulaire et de gestion responsable des ressources. Le bois constitue une matière première idéale pour la production de synthons permettant la fabrication de matériaux biosourcés à faible impact environnemental. En effet le bois est un matériau biodégradable par des microorganismes grâce à l'action de catalyseurs biologiques appelés enzymes. Ces derniers vont permettre le découpage des polymères constitutifs (cellulose, hémicelluloses et lignine) de la paroi cellulaire du bois en molécules élémentaires qui pourront être converties par un processus de fermentation en molécules d'intérêt. Cependant la paroi cellulaire du bois est une matrice complexe dont la déconstruction et la transformation par voie biologique en molécules d'intérêt requiert un prétraitement. L'explosion de vapeur est une technologie de prétraitement prometteuse qui permet simultanément d'augmenter l'accès à la cellulose et de délignifier la paroi cellulaire (Jacquet et al., 2015). De plus cette technologie est industrialisable et ne nécessite pas de traitement d'effluents.

Le travail présenté ici vise à effectuer une caractérisation multi échelle de l'effet du prétraitement par explosion de vapeur sur des échantillons de peuplier massifs.

Matériel et méthodes

Des cubes (20x20x20 mm) de peuplier (*Populus spp.*) ont été soumis à un traitement par explosion de vapeur dans le pilote disponible au LERMAB. Les coefficients de sévérité utilisés étaient de 3,531, 3,351 et 3,054. Le coefficient de sévérité (CS) est défini par :

$$CS = [t * \exp(\frac{T - 100}{14,75})]$$

Où t est le temps de séjour dans le réacteur (en min)

T est la température de réaction en °C. Ici cette température était de 180°C

Les échantillons ont été caractérisés au niveau global par tomographie rayons X et microscopie à épiscopie (Leica DM2700M). Les modifications pariétales ont été réalisées par microscopie à transmission en fond clair (Olympus CX31 équipé d'une caméra CCD) après une double coloration bleu Astra/ Safranine (Srebotnik and Messner, 1994). Les résultats obtenus ont été confirmés par microscopie confocale à fluorescence (CSLM) après coloration des tissus à la safranine (Bond et al., 2008). Le potentiel de saccharification sur des coupes de 30µm réalisées au microtome et sur des échantillons broyés. Le mélange d'enzyme commercial utilisé était la CelluClast 1.5L (Sigma Aldrich, #C2730). Le contenu en sucre réducteurs totaux et en glucose

ont été mesurés selon la méthode DNS optimisée (Xiao et al., 2004) et par UHPLC équipée d'un détecteur RID.

Résultats et discussion

Les cubes de peupliers ont été soumis à un prétraitement par explosion de vapeur dans le pilote disponible au laboratoire. Pour chaque condition testée 10 échantillons indépendants issus de trois répétitions expérimentales ont été analysés.

Les observations en microtomographie rayons X ont montré une déstructuration des échantillons corrélée à l'augmentation du coefficient de sévérité. Des cassures sont visibles sur les coupes transversales. Les microfissures apparaissent sur les plans radiaux et, lorsque le CS est élevé des collapses après séchage des échantillons apparaissent (fig.1).

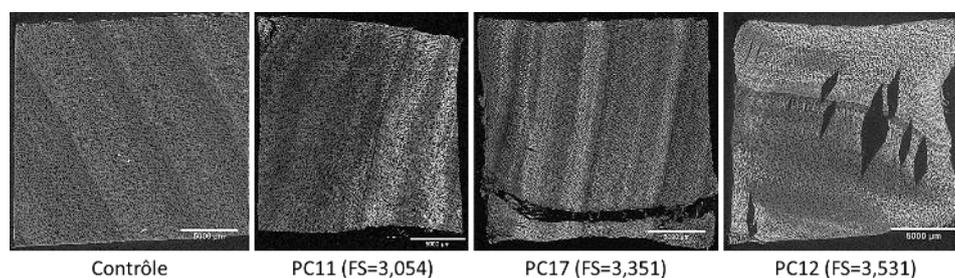


Fig1. Tomographies rayons X des échantillons prétraités par explosion de vapeur. Les coupes transversales sont représentées.

Afin de caractériser les modifications pariétales potentiellement causées par le prétraitement, des coupes de 30 μ m d'épaisseur ont été réalisées dans les différents types d'échantillons. Une coloration bleu Astra/Safranine a été effectuée sur les coupes afin de visualiser l'effet du prétraitement sur le contenu en lignine des parois. Un exemple de résultats obtenus est présenté sur la fig. 2. Une coloration bleue de parois cellulaires indique une accessibilité de la cellulose au bleu astra et donc un taux de lignine faible. Une coloration rose indique une absence d'accès à la cellulose par le bleu Astra et donc une présence de lignine élevée. Les échantillons prétraités par explosion de vapeur font clairement apparaître une couche interne colorée en bleu dans la lumière des fibres qui rappelle les observations effectuées dans la couche G du bois de tension. Cette typologie de paroi particulière sera appelée « couche G like » dans la suite.

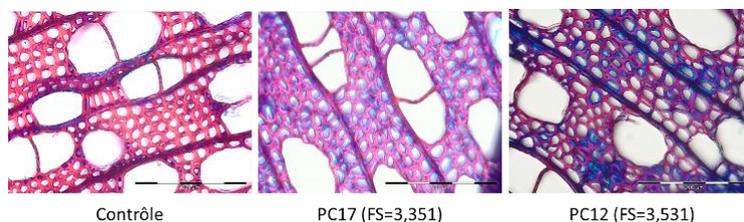


Fig 2. Coloration Bleu Astra/Safranine des échantillons de peuplier explosés à la vapeur avec différents coefficients de sévérité.

Un algorithme de traitement d'images a été développé sur le logiciel FIJI afin de quantifier la proportion relative de « couche G like ». Les résultats obtenus ont permis de tracer le graphique de la fig.3 qui une augmentation significative de la proportion de parois plus accessibles dès

l'application d'un coefficient de sévérité 3,351. La plus forte accessibilité à la cellulose est obtenue pour un coefficient de sévérité de 3,531 (ANOVA, Tukey HSD, $p < 0,001$).

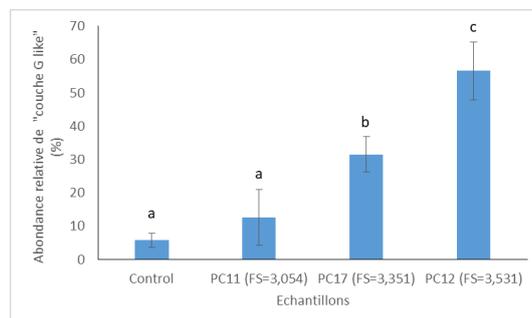


Fig 3. Quantification par traitement d'image de la proportion de « couche G like ». Les barres représentent la moyenne de quantifications effectuées sur 10 échantillons indépendants. Les barres d'erreur représentent le coefficient d'erreur à 95%.

Afin de valider les résultats obtenus et d'avoir une vision plus précise des altérations pariétales causées par l'explosion de vapeur sur la lignine, des observations en CLSM ont été effectuées sur les échantillons contrôles et explosés avec $CS = 3,531$ et colorés à la safranine. En effet, un décalage dans les longueurs d'onde d'émission de fluorescence permet de distinguer *in situ* après déconvolution spectrale des images, les parois cellulaires selon leur teneur en lignine. Les résultats de la fig. 4 montrent clairement la présence de « couche G like » dans les échantillons explosés avec un $CS = 3,531$. Les résultats sont très proches de ceux décrits dans la littérature pour le bois de bois de tension chez le peuplier (Bond et al., 2008).

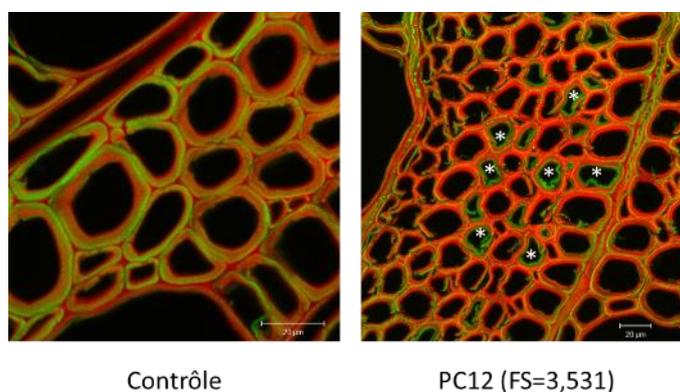


Fig4. Photographies après observations en CLSM (mode spectral) d'échantillons contrôle et explosés à la vapeur ($CS = 3,531$). Le vert correspond à des zones pauvres en lignine et le rouge à des zones où cellulose et lignine sont présentes. Les astérisques indiquent les cellules où une « couche G like » est présente.

Une étude de saccharification a été réalisée en suivant l'effet d'une cellulase commerciale (CelluClast 1.5L extraite de *Trichoderma reesei*) sur la paroi des cellules de bois de peuplier explosé ou contrôle. Les expériences de digestion ont été effectuées sur coupes fines ($30\mu\text{m}$) et sur de la poudre. L'épaisseur moyenne des parois a été mesurée sur des images acquises durant la dégradation le glucose produit dosé par UHPLC. Les résultats sont représentés sur la fig. 5

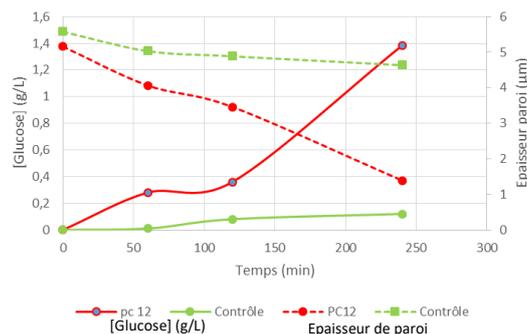


Fig 5. Evolution de la production de glucose et de l'épaisseur pariétale dans des échantillons de peuplier contrôle et exposés à la vapeur.

Conclusion et perspectives

Cette étude a permis de montrer que l'augmentation de l'efficacité de saccharification observée suite à un prétraitement par explosion de vapeur est liée à une altération du contenu en lignine des couches S2 et S3 des cellules. Une « couche G like » riche en cellulose est formée dans le bois explosé. La défragmentation des échantillons semble se dérouler par des microfissures qui apparaissent sur le plan radial. Ces résultats obtenus sur le peuplier sont en cours d'investigation sur différentes essences afin de pouvoir généraliser le phénomène.

Références

- Bond, J., Donaldson, L., Hill, S., Hitchcock, K., 2008. Safranin fluorescent staining of wood cell walls. *Biotechnic & Histochemistry* 83, 161–171. <https://doi.org/10.1080/10520290802373354>
- Jacquet, N., Maniet, G., Vanderghem, C., Delvigne, F., Richel, A., 2015. Application of Steam Explosion as Pretreatment on Lignocellulosic Material: A Review. *Ind. Eng. Chem. Res.* 54, 2593–2598. <https://doi.org/10.1021/ie503151g>
- Srebotnik, E., Messner, K., 1994. A simple method that uses differential staining and light microscopy to assess the selectivity of wood delignification by white rot fungi. *Applied and environmental microbiology* 60, 1383–1386.
- Xiao, Z., Storms, R., Tsang, A., 2004. Microplate-based filter paper assay to measure total cellulase activity. *Biotechnol. Bioeng.* 88, 832–837. <https://doi.org/10.1002/bit.20286>

B07 : Etude de la valorisation des branches en agroforesterie pour les filières matériaux et chimie biosourcées.

GOUTIERE Myriam¹, FREDON Emmanuel¹, GERARDIN Philippe¹, DUMARCAY Stéphane¹, GERARDIN Christine¹, CHAPUIS Hubert¹, LIAGRE Fabien², BERAL Camille², GIRARDIN Nicolas², LE GALLIC Hélène², MARCHAL Rémy³, CANDELIER Kevin³, THEVENON Marie-France³, BOUTAHAR Nabila³, BERGERET Anne⁴, LE MOIGNE Nicolas⁴, CORN Stéphane⁴, AOUF Chahinez⁵, FULCRAND Hélène⁵, SENEGAS Isabelle⁶, LE PORT Samuel⁶, BONO Pierre⁷, LE DUC Anne⁷, DAUZAT Jean⁸, GRIFFON Sébastien⁸, SABATIER Sylvie⁸, ANTIN Cécile-Madeleine⁸, BELHOULI Karim⁹, COLIN Francis¹⁰.

¹LERMaB, ²Agroof SCOP, ³Cirad UR BioWooEB, ⁴Armines C2MA, ⁵INRA UMR SPO, ⁶Chambre d'Agriculture de Bretagne, ⁷Fibres Recherche Développement, ⁸CIRAD AMAP, ⁹EcoTechnilin, ¹⁰LERFOB

myriam.goutiere8@etu.univ-lorraine.fr

Mots clés : Agroforesterie ; branche ; écorce ; matériaux biosourcés ; fibres végétales ; molécules ; panneaux de particules

Contexte et objectifs

L'agroforesterie est un des systèmes mis en avant dans les politiques liées aux enjeux du changement climatique (Hamon et al, 2007). Elle permet à la fois de séquestrer du carbone (atténuation) et de créer un environnement favorable aux conséquences du changement climatique (adaptation). De plus, les effets de facilitations et de compétitions favorisent notamment une meilleure productivité individuelle des arbres agroforestiers vis-à-vis des arbres forestiers (Dufour et al, 2012). Les arbres agroforestiers présentent notamment une productivité raméale beaucoup plus importante (Gavaland, 2005). Les systèmes agroforestiers représentent des surfaces importantes en France, plus de 900 000 ha pour les haies et alignements d'arbres en 2014 (Plan de développement de l'agroforesterie, décembre 2015). Un des freins à l'agroforesterie à vocation bois d'œuvre, en terme d'acceptabilité par les agriculteurs, réside souvent dans le fait que la rentabilité d'un projet n'est atteinte que sur du long terme

Objectifs généraux

Le projet AGROBRANCHE vise à étudier la possibilité de renforcer le modèle économique de l'agroforesterie en améliorant la valorisation de la biomasse intermédiaire dans de nouvelles chaînes de valeur. La possibilité de mieux valoriser la biomasse intermédiaire permettrait d'améliorer la rentabilité à court terme du système, ce qui favoriserait grandement l'acceptation de ces pratiques.

Cet objectif répond à une double finalité :

1. La conduite agroforestière exige des coupes fréquentes des branches pour le contrôle de l'ombrage et de l'emprise des arbres. Les branches constituent ainsi une ressource mobilisable tout au long de la vie des arbres, aujourd'hui peu exploitée. En réduisant les houppiers régulièrement, l'agriculteur joue sur trois tableaux : il réduit la compétition pour la lumière, il récolte également une production ligno-cellulosique, mais produit également du bois d'œuvre

de qualité. La biomasse raméale pourrait être valorisée dans de nouvelles filières que sont les matériaux ou la chimie biosourcée.

2. Pour les partenaires du développement industriel, il s'agit de bénéficier plus facilement d'une ressource biomasse de qualité, non concurrente avec les productions agricoles classiques, donc plus sûre en terme d'approvisionnement. Les produits finaux visés concernent respectivement les isolants rigide/semi-rigide à base de bois, les panneaux de particules et les composites bois-polymère pour la voie de valorisation « matériau » et les molécules extractibles pour la voie de valorisation « chimie verte ».

Intérêt de la démarche

Un des points forts du projet réside dans le caractère innovant et d'actualité du sujet. A ce jour, aucune étude n'a abordé de manière aussi complète la valorisation de la biomasse agroforestière, avec un partenariat aussi représentatif des acteurs de la filière complète. L'étude tiendra également compte du risque de concurrence et de la complémentarité des filières existantes (par exemple bois énergie). L'atout principal d'Agrobranche est le souci de connecter les besoins des filières recherche et industrielle avec un produit agroforestier à forte valeur agro-écologique, et non concurrent des productions agricoles. Une attention toute particulière sera apportée à l'impact des essences d'arbre, des étapes de récolte et de transformation (rythme d'intervention des coupes, conditions de récolte...) qui pourraient impacter les plaquettes agroforestières et en conséquence les usages visés.

Dans ce contexte, il faut noter la déconnexion qui existe entre la R&D sur le développement des produits biosourcés et les enjeux du terrain pour la production et la mobilisation de biomasse. Les avancées technologiques en termes de transformation de la biomasse végétale sont en effet très significatives, mais la commercialisation des produits élaborés exige souvent des volumes importants – abstraction faite des applications de niches. Sur le terrain, on se heurte alors à un manque de développement à grande échelle, car les agriculteurs ne souhaitent pas dédier des surfaces importantes exclusivement à des cultures non agricoles comme les Taillis à Très Courte Rotation ou les productions de type miscanthus. L'avantage de l'agroforesterie est de ne pas pénaliser la production de la parcelle puisque nous sommes sur une association de production sur une même surface, soit en bordure (haie) ou en intraparcellaire (agroforesterie dernière génération). Un enjeu important réside donc dans la structuration territoriale des filières agricoles utilisant des systèmes agroforestiers afin de proposer une action plus cohérente entre les exploitants et les transformateurs et utilisateurs des produits issus de la biomasse ligneuse.

Périmètre des travaux et résultats attendus

Les travaux, qui sont menés par un consortium alliant organisme de terrain, laboratoire de recherche et entreprises, s'attachent à :

- qualifier le potentiel industriel de valorisation des plaquettes forestières dans le domaine des matériaux et de la chimie,
- identifier le standard des plaquettes agroforestières répondant aux besoins des entreprises et l'organisation de la filière afin d'optimiser son développement et sa rentabilité,
- définir d'une part en amont les itinéraires de production de ces plaquettes et d'autre part en aval les routes technologiques dédiées d'extraction des fibres et molécules d'intérêt.

Ces travaux seront validés par des tests de mise en œuvre de matériaux et d'extraction de molécules à l'échelle laboratoire et/ou pilote.

Les principaux résultats attendus sont :

1. Identification d'un produit plaquette type : conditions et coûts de production ; analyse de la concurrence avec d'autres usages ;
2. Identification et caractérisation des fibres et molécules types, issues de la 1^{ère} transformation des plaquettes, en distinguant le domaine des matériaux et celui de la chimie biosourcée,
3. Formalisation du cahier des charges pour la partie « terrain » : définition des itinéraires techniques et des modes d'organisation de la filière de production.
4. Validation économique et environnementale des procédés de 1^{ère} transformation et de mise en œuvre des matériaux biosourcés sélectionnés (analyse de faisabilité et bilan ACV sur la chaîne de valeur jugée la plus pertinente).

Focus sur l'une des tâches du projet réalisée au LERMaB, la valorisation en panneaux de particules

Des panneaux seront fabriqués, caractérisés, leurs performances comparées en référence à des panneaux issus d'un approvisionnement en bois standard dans l'industrie (essentiellement résineux). Les particules, matières premières de cette étude, sont issues de plaquettes (non écorcées) de 4 essences différentes : chêne et châtaignier pour la ressource haie, noyer et peuplier pour l'agroforesterie inter-parcellaire. Une analyse comparative sera menée en fonction des variables d'entrée (choix d'essences ou mélanges, granulométries, cycle de pressage ...). Les données récoltées en termes de performance, couplées aux informations technico-économiques liées à la production de ces particules alimenteront une réflexion en vue de qualifier l'opportunité de l'utilisation du produit agroforestier par rapport à d'autres produits d'origine agricole ou forestière. D'un point de vue colles, nous utiliserons des colles industrielles standard (UF), mais un développement vers des colles bio-sourcées sans formaldéhyde sera étudié.

Matériels et méthodes

Au jour d'écriture de ce document, les premières expériences dédiés à la tâche « valorisation en panneaux de particules » n'en sont qu'à leur début. La méthode de travail peut être résumée comme indiqué dans la Figure 1.

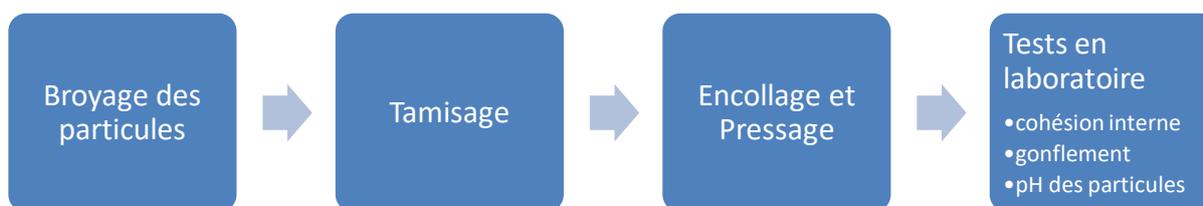


Fig. 1 : phasage des expériences

Nous disposons d'échantillons de particules issues d'agroforesterie (chêne, châtaignier, noyer et peuplier), non écorcées, d'une granulométrie entre 1000 et 2000 μm . Nous disposons également de particules issues de parc à bois de la société CFP, que nous broyons afin d'obtenir

un échantillon de même granulométrie que les autres. Nous utilisons un broyeur Retch ZM 200 et un tamiseur Retch AS 200.

Après encollage des particules avec une colle UF (SADECOL L 3096S) dans un mélangeur mécanique, les panneaux sont pressés à l'aide d'une presse (Joos LAP 150). Les variables de fabrication sont : l'épaisseur du panneau, la densité, le taux d'encollage, les paramètres de pressage (paliers de température, durée des paliers, pression).

Les critères d'analyse de performance retenus sont la cohésion interne et le taux de gonflement. L'analyse des résultats devra nécessairement être mise en relation avec une caractérisation fine et comparative des propriétés physico-chimiques des particules, comme le pH et la granulométrie.

Remerciements

La compagnie CFP, pour la fourniture des particules industrielles et de la colle.

Références

Hamon, X., Dupraz, C., Liagre, F. (2009). L'agroforesterie, outil de séquestration du carbone en agriculture. Rapport de synthèse - Projet CAS DAR Agroforesterie 2009-2011. 10p.

Gavaland A. and Burnel L., (2005). Croissance et biomasse aérienne de noyers noirs, Chambres d'agriculture n° 945, pp. 20-2.

B08 : Influence de la pollution sur les propriétés du bois d'*Avicennia germinans*

MABICKA IWANGOU Saint Bickolard¹, BESSERER Arnaud¹, LALLEMAND Julien¹, MASSON Eric³, SAFOU TCHIAMA Rodrigue², ANDZI BARHE Timoléon², GERARDIN Philippe¹

¹LERMAB, Faculté des Sciences et Technologies Boulevard des Aiguillettes BP 70239.54506 Vandoeuvre lès Nancy Cedex-France

²Laboratoire de Recherche et de valorisation du Matériau Bois (Lareva Bois). Ecole Normale Supérieure d'Enseignement technique (ENSET), BP 3989, Libreville (Gabon)

³CRITT bois, 27 rue Philippe Seguin, 88000 Epinal

saintbickolard.mabicka.iwangou@univ.lorraine.fr

Mots clés : *Avicennia germinans* ; durabilité ; extractible ; mangrove ; pollution urbaine

Contextes et objectifs

Les palétuviers de la mangrove se développent en milieu salin à l'interface entre la terre et la mer sous des latitudes tropicales et subtropicales grâce à des systèmes racinaires particulièrement bien adaptés à la filtration du sel. Le Gabon compte 1606 km² de mangroves abritant 7 espèces de palétuviers dont 42,9 % en zone protégée. Les espèces sont réparties sur le front de mer (comme le genre *Rhizophora*) ou dans la zone moins inondée de transition avec la forêt terrestre (comme *Avicennia*). *Avicennia germinans* est la seule espèce d'Avicennioideae (APG III) rencontrée au Gabon et sa stratégie d'adaptation au milieu est basée sur la dilution du sel dans les tissus de l'arbre plutôt que sur son exclusion des racines. Cela en fait une essence a priori plus sensible à la pollution d'où son choix comme modèle. Le bois du tronc d'*A. germinans* est particulièrement accessible pour les prélèvements et, à ce jour aucune relation n'a été faite entre la pollution résultant des activités humaines et les propriétés du bois. Une meilleure connaissance des conséquences de la pollution sur les propriétés du bois fournirait des marqueurs qui permettraient de suivre l'évolution sanitaire du bois et d'évaluer la résilience du système. Le travail présenté ici vise à étudier l'impact de la pollution sur les propriétés du bois d'*A. germinans* et à définir des marqueurs de cette pollution.

Matériels et méthodes

Afin d'étudier l'influence de la pollution urbaine sur les propriétés des bois de *A. germinans*, des rondelles ont été prélevées sur 3 arbres de même circonférence à 1,3 m au-dessus du collet sur 3 stations expérimentales localisées au Gabon (Oveng, Mamboumba et Ambowè) où les arbres sont exposés à des niveaux de pollution et à des salinités de l'eau différentes. Les approches d'imageries ont été effectuées par tomographie rayons X (RX solutions), microscopie à épiscopie (Leica DM 2700 M, n= 19 pour chaque site) et microscopie confocale en mode spectral $\lambda_{ex}=405nm$ (Zeiss LSM 780). Des extractions au dichlorométhane ont été réalisées sur les sciures de bois en réalisant des extractions par solvant sous pression accélérées (ASE). Les analyses ont été réalisées par GC-MS. La durabilité naturelle des blocs de bois a été évaluée selon la norme CEN/TS 15083-1.

Résultats et discussion

Le bois d'*A. germinans* collecté sur un site perturbé par de la pollution (Ambowè) est caractérisé par une absence de duramen différencié contrairement aux bois issus de sites non pollués (Oveng et Mamboumba) (Fig 1).

Site	Propriété du site	Aspect macroscopique du bois d' <i>A. germinans</i>
Oveng	Sain, salinité= 30 g/L	
Mamboumba	Sain, salinité= 16 g/L	
Ambowè	Pollué, salinité= 30 g/L	

Fig. 1 Aspect des bois et propriétés des sites d'étude.

Les prélèvements avaient un diamètre de 28 cm donc un âge similaire (Nazim et al., 2013). Cela suggérait des altérations du plan ligneux. Afin de caractériser les altérations causées par la pollution, la densité des vaisseaux a été comptabilisée. En effet, afin de s'adapter aux facteurs abiotiques (salinité, température, ...) la densité et le diamètre des *A. germinans* peuvent varier (Madrid et al., 2014; Robert et al., 2009). Les comptages de vaisseaux illustrés par la Fig.2 montrent qu'en absence de pollution la densité vasculaire diminue avec la salinité (sites d'Oveng et Mamboumba). Les sites d'Ambowè et d'Oveng étant caractérisés par des salinités équivalentes dans l'eau, il est possible d'étudier l'effet de la pollution sur la densité de vaisseaux. La pollution n'affecte pas significativement la densité de vaisseaux chez *A. germinans* (ANOVA, $p < 0,05$).

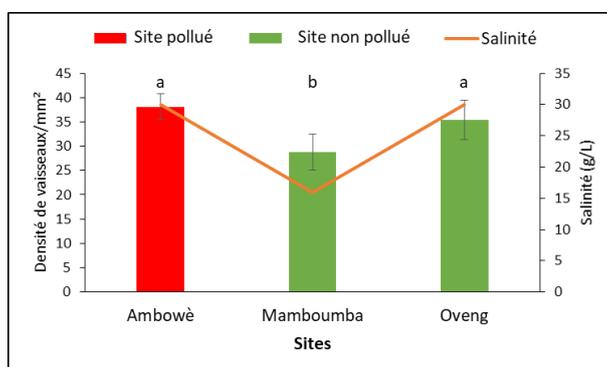


Fig 2 : Effet de la salinité et de la pollution sur la densité de vaisseaux. Les barres d'erreur représentent l'intervalle de confiance à 95% ; n=19.

Comme le diamètre des vaisseaux peut également être modifié par la pollution des mesures d'infradensité ont été effectuées afin d'évaluer la porosité des bois issus des différents sites. Les résultats de la Fig.3 montrent que l'infradensité est plus élevée dans les échantillons de bois provenant du site non pollué d'Oveng (Fig. 3) (t.test ; $p < 0,05$).

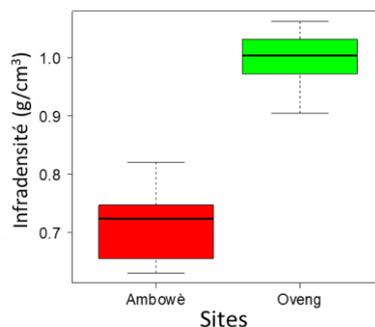


Fig. 3. Infradensités des bois d'*A. germinans* collectés sur les sites pollué d'Ambowé et non pollué d'Oveng.

Comme la densité de vaisseaux est identique dans les deux types de bois, cela suggère que la pollution affecte soit le diamètre des vaisseaux soit le contenu en extractibles qui obture les pores. Afin de pouvoir trancher entre ces deux hypothèses, des observations ont été effectuées et sont illustrées sur la Fig. 4.

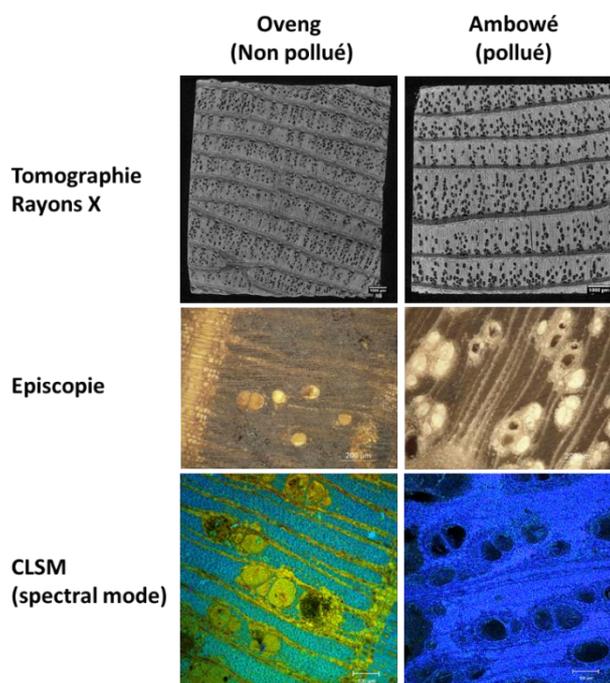


Fig.4. Observations réalisées en tomographie rayons X, microscopie à épiscopie et microscopie confocale sur les échantillons de bois d'Oveng (site non pollué) et d'Ambowé (site pollué).

Les observations de tomographie rayons X montrent que la pollution cause une augmentation du diamètre des vaisseaux dans le bois issu du site pollué d'Ambowé. Les photographies de microscopie à épiscopie montrent des vaisseaux obturés par un contenu jaunâtre uniquement dans le bois du site non pollué. Les observations en microscopie confocale montrent que le contenu des vaisseaux est fluorescent uniquement dans le bois issu du site d'Oveng. En revanche le bois issu du site pollué d'Ambowé montre des vaisseaux vides. Cela suggère donc à la fois une modification du diamètre et du contenu des vaisseaux en réponse à la pollution. Un des extractibles les plus abondant et connu pour être présent dans les vaisseaux d'*A. germinans* est le lapachol. Il s'agit d'une molécule hydrophobe et fluorescente. Afin de vérifier que la teneur en lapachol est altérée par la pollution, des extractions par ASE utilisant le dichlorométhane ont été réalisées sur les bois collectés sur le site pollué et non pollué. Le bois du site pollué d'Ambowé contient 3 fois moins d'extractibles hydrophobes que celui du site

non pollué ($5\% \pm 0,70$ et $15,75\% \pm 1,06$, respectivement). Les analyses semi quantitatives effectuées en GC-MS sur la fraction apolaire ont permis d'identifier le lapachol comme extractible majoritaire de cette fraction dans le bois issu du site non pollué d'Oveng et sa très forte diminution dans le bois issu du site pollué d'Ambowè (Fig 5).

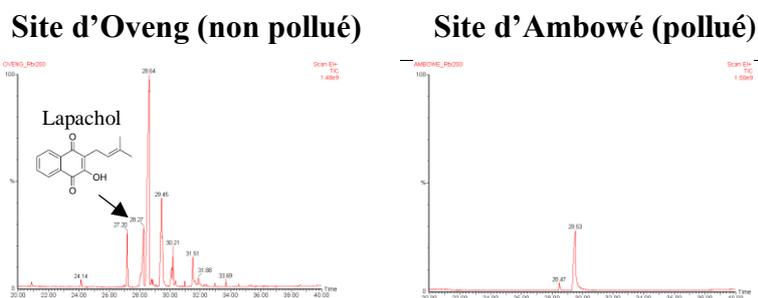


Fig. 5. Chromatogramme GC-MS des bois d'*A. germinans* issus du site non pollué d'Oveng et pollué d'Ambowè.

Finaleme nt, les échantillons de bois (duramen) d'*A. germinans* issus du site pollué et du site non pollué ont été soumis à un test de dégradation fongique selon la norme (CEN-TS 15083-1: 2006).

Tableau 1 : Durabilité naturelle des bois d'*A. germinans* collectés sur les sites d'Oveng (non pollué) et d'Ambowè (pollué).

Champignons	Station	Pertes en masse (%)	P-value
<i>Coriolus versicolor</i>	Oveng	9,11± 2,66	2,33 x 10 ⁻⁷
	Ambowè	35,69± 6,27	
<i>Poria placenta</i>	Oveng	3,76± 0,79	0,01
	Ambowè	11,66± 6,62	

Les résultats rapportés dans le tableau 1 montrent une perte de durabilité naturelle des bois collectés sur le site d'Ambowè lorsqu'ils sont confrontés à une attaque par *Coriolus versicolor* et *Poria placenta*. Ces résultats sont à rapprocher de la diminution du taux d'extractibles.

Références bibliographiques

CEN-TS 15083-1d: Durabilité du bois et des matériaux dérivés du bois - Détermination de la durabilité naturelle du bois massif vis-à-vis des champignons lignivores - Méthodes d'essai - Partie 1 : basidiomycètes, 2006.

Madrid, E.N., Armitage, A.R., LÃ³pez-Portillo, J., 2014. *Avicennia germinans* (black mangrove) vessel architecture is linked to chilling and salinity tolerance in the Gulf of Mexico. *Frontiers in Plant Science* 5. <https://doi.org/10.3389/fpls.2014.00503>

Nazim, K., Ahmed, M., Shaukat, S.S., Khan, M.U., Ali, Q.M., 2013. Age and growth rate estimation of grey mangrove *Avicennia marina* (forsk.) vierh from Pakistan. *Pakistan Journal of Botany* 45, 535–542.

Robert, E.M.R., Koedam, N., Beekman, H., Schmitz, N., 2009. A safe hydraulic architecture as wood anatomical explanation for the difference in distribution of the mangroves *Avicennia* and *Rhizophora*. *Functional Ecology* 23, 649–657. <https://doi.org/10.1111/j.1365-2435.2009.01551.x>

B09 : Transferts d'humidité en régime non-isotherme dans le CLT : mesures par tomographie X 3D et modélisation numérique

B. Martin¹, J. Colin^{2,3}, P. Lu², M. Mounkaila², J. Casalinho³, E. Mougel¹, A. Bouali¹, P. Perré^{2,3} et R. Rémond¹

¹ LERMaB, ENSTIB, Université de Lorraine, Épinal, France

² LGPM, CentraleSupélec, Université de Paris-Saclay, Centre Européen de Biotechnologie et de Bioéconomie (CEBB), Pomacle, France

³ LGPM, CentraleSupélec, Université Paris-Saclay, Gif-sur-Yvette, France
b.martin@univ-lorraine.fr

Mots clés : panneau lamellé croisé ; diffusion d'humidité ; non isotherme ; imagerie X, modèle numérique

Contexte et objectif

L'utilisation du bois dans la construction connaît actuellement une forte croissance notamment avec les panneaux de bois lamellé croisé CLT. Outre les maisons individuelles, ils sont utilisés pour la construction de bâtiments collectifs et bâtiments de grande hauteur (« Brandner et al., 2016 », « Ramage et al., 2017 »). Les bureaux d'études thermiques (BET) en charge de la conception de bâtiments performants au niveau thermique ont besoin d'outils capables de prédire avec une bonne fiabilité la dynamique des transferts de chaleur et d'humidité dans ces produits. Cependant, plusieurs projets menés jusqu'ici ont mis en évidence un défaut de reproductibilité de la dynamique des transferts d'humidité observée au sein du bois par les outils actuels de simulation numérique (« Woloszyn et al., 2014 », « Busser et al., 2019 »). En outre, l'impact du joint de colle et du croisement des lits de planches des panneaux CLT sur les transferts d'humidités restent des questions ouvertes.

Ce travail présente le développement d'un dispositif expérimental permettant de mesurer la dynamique de l'évolution du champ de teneur en eau suivant une méthode non invasive et non destructive à l'aide de l'imagerie X 3D. À travers les résultats obtenus avec cette technique et ce dispositif, l'objectif est d'étudier plus finement le choix de la force motrice pour la migration d'humidité (gradient de teneur en eau, gradient de pression de vapeur) et l'effet des joints de colle sur les transferts d'humidité en vue d'alimenter et de valider un modèle numérique.

Matériel et méthode

Le choix de l'essence s'est porté sur l'épicéa (*Picea abies*) car il est couramment utilisé dans le domaine de la construction en bois (Muszynski et al., 2017), notamment pour la production de CLT, en raison de ses propriétés et de sa disponibilité. Des échantillons cylindriques (ø20 x 20 mm de longueur suivant la direction radiale) sont extraits d'une planche d'un arbre âgé de 73 ans. Le suivi de la diffusion d'humidité s'effectuera selon l'une des directions du plan transversal.

Les expérimentations mettront en œuvre un nano-tomographe offrant un large éventail de possibilités, de l'imagerie haute résolution à l'imagerie rapide (RX Solutions, Easy XL Ultra 150-160 avec environnement contrôlé). L'échantillon dont l'humidité initiale devra être homogène sera recouvert sur toute sa surface d'un produit d'étanchéité empêchant les transferts. L'objet étant de bloquer les échanges massiques entre l'échantillon et l'air extérieur et ainsi de maintenir une humidité moyenne constante. Le dispositif expérimental (figure 1) a été imaginé afin de permettre l'acquisition et la reconstruction de scan 3D qui a pour avantage de visualiser

les effets de bord dû aux transferts de chaleur en périphérie. L'intérêt de l'étude de ces derniers ont été mis en évidence lors de simulations effectuées avec TransPore 2D, outil numérique permettant de simuler les transferts couplés de chaleur et de masse en milieu poreux (Perré and Turner, 1999), code numérique simulant les transferts masse-chaleur dans un milieu poreux.

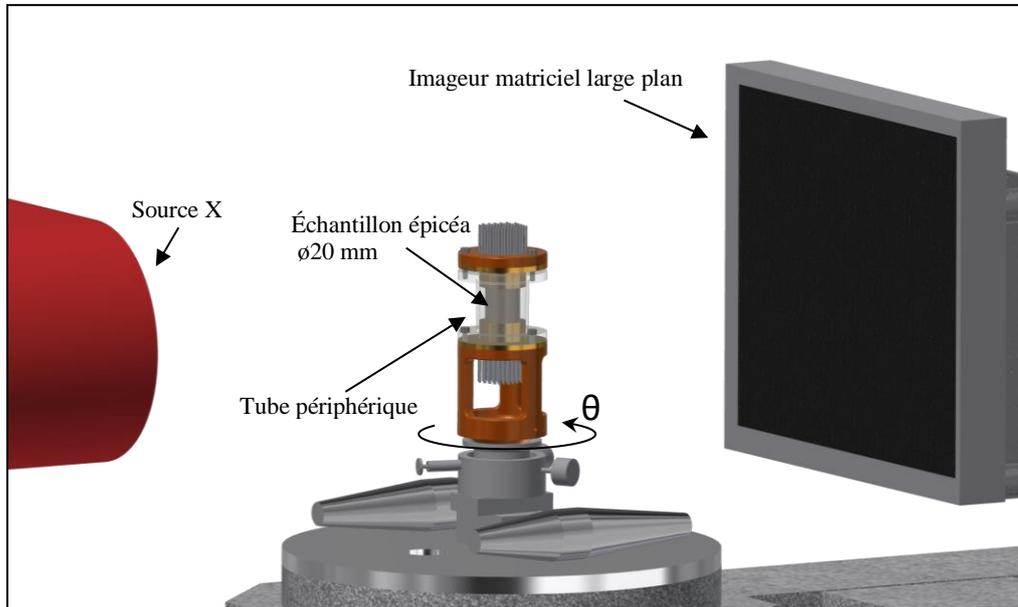


Fig. 1 : Schéma du dispositif expérimental de thermo-diffusion 3D

L'acquisition des séries de scans 3D effectués à intervalle de temps régulier sur plusieurs semaines permettront de suivre l'évolution du champ de teneur en eau au sein de l'échantillon soumis à un gradient de température suivant trois phases (figure 2). Après une période initiale de stabilisation, la première phase, en régime constant au cours du temps, imposera une différence de température de 20 °C entre les deux faces opposées, pour reproduire (de manière simplifiée) une configuration d'hiver. La seconde avec un retour en conditions isotherme permettra de faire appel au gradient de teneur en eau comme force motrice. Enfin, une oscillation de la température d'une des plaques autour de la température moyenne (maintenue sur l'autre plaque) sera réalisée afin d'approcher le comportement dynamique que l'on observe en intersaison ou en été.

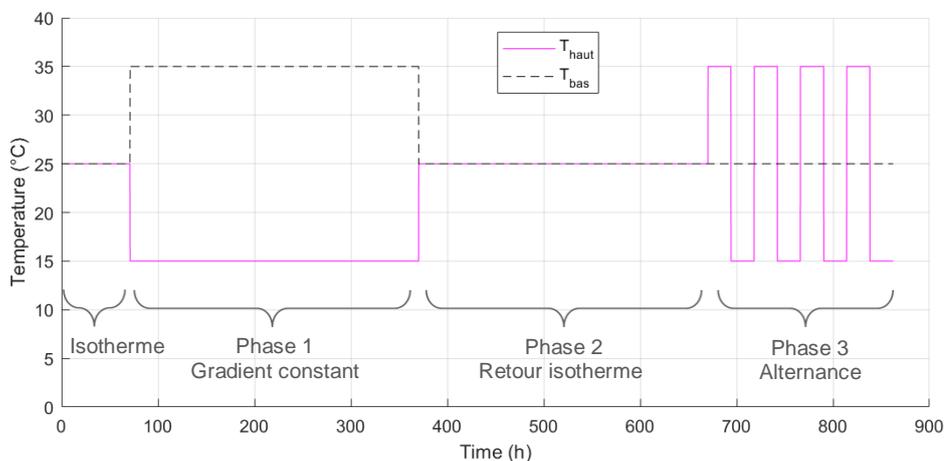


Fig. 2 : Consigne des températures appliquées sur les faces opposées de l'échantillon

Les images ainsi obtenues seront analysées suivant la méthode utilisée dans Bouali et al. (2012) qui a permis de dissocier l'atténuation propre de la matière lignocellulosique à celle de l'eau. Les essais de diffusion en conditions non-isothermes suivant des conditions dynamiques seront menées sur deux types d'échantillons :

- bois massif,
- bilame d'épicéa avec un joint de colle.

Conclusion et perspectives

Ces séquences de données expérimentales permettront d'étudier la redistribution de l'humidité dans l'épicéa en condition non isotherme de manière non invasive et non destructive. Les sollicitations envisagées conduiront à des situations où les forces motrices pour la diffusion d'humidité (gradients de température et de teneur en eau) se retrouveront opposées ou additionnées avec une possibilité de condensation d'eau du côté de la plaque froide (responsable d'une diminution des résistances thermiques du matériau). Ces données feront l'objet d'une analyse par méthode inverse pour identifier certains paramètres physiques et affiner la formulation physique du modèle TransPore.

Remerciements

L'Ademe est partenaire du projet et co-finance une bourse de thèse dans le cadre de la thématique « villes et territoires durables », contribution au développement de bâtiments performants intégrant des matériaux biosourcés.

Une partie de ce projet a bénéficié d'une aide de l'Etat gérée par l'Agence Nationale de la Recherche au titre du programme Investissements d'avenir portant la référence n° ANR-11-LABX-0002-01 (Laboratoire d'Excellence ARBRE).

Pour une durée de trois ans (du 01/05/2016 au 31/10/2019), le projet 3D-BioMat est hébergé par le Centre Européen de Biotechnologie et de Bioéconomie (CEBB 51110 Pomacle, France). D'un budget total de 965 000 €, 3D-BioMat est cofinancé par le Grand Reims à hauteur de 31 % et par l'Union européenne à hauteur de 48,7 % (soit 50 % des dépenses éligibles). L'Europe s'engage en Champagne-Ardenne avec le Fonds européen de développement régional).

Références

Bouali, A., Rémond, R., Almeida, G., Perré, P., 2012. THERMO-DIFFUSION IN WOOD/ X-RAY MC PROFILES ANALYSED USING A 2-D COMPUTATIONAL MODEL. Presented at the 18th International Drying Symposium (IDS 2012), Xiamen, China.

Brandner, R., Flatscher, G., Ringhofer, A., Schickhofer, G., Thiel, A., 2016. Cross laminated timber (CLT): overview and development. Eur. J. Wood Wood Prod. 74, 331–351. <https://doi.org/10.1007/s00107-015-0999-5>

Busser, T., Pailha, M., Piot, A., Woloszyn, M., 2019. Simultaneous hygrothermal performance assessment of an air volume and surrounding highly hygroscopic walls. Build. Environ. 148, 677–688. <https://doi.org/10.1016/j.buildenv.2018.11.031>

Muszynski, L., Hansen, E., Fernando, S., Schwarzmann, G., Rainer, J., 2017. Insights into the Global Cross- Laminated Timber Industry 16.

Perré, P., Turner, I.W., 1999. A 3-D version of TransPore: a comprehensive heat and mass transfer computational model for simulating the drying of porous media. *Int. J. Heat Mass Transf.* 42, 4501–4521. [https://doi.org/10.1016/S0017-9310\(99\)00098-8](https://doi.org/10.1016/S0017-9310(99)00098-8)

Ramage, M.H., Burridge, H., Busse-Wicher, M., Fereday, G., Reynolds, T., Shah, D.U., Wu, G., Yu, L., Fleming, P., Densley-Tingley, D., Allwood, J., Dupree, P., Linden, P.F., Scherman, O., 2017. The wood from the trees: The use of timber in construction. *Renew. Sustain. Energy Rev.* 68, 333–359. <https://doi.org/10.1016/j.rser.2016.09.107>

Woloszyn, M., Virgone, J., Trabelsi, A., Slimani, Z., Mougel, E., Reymond, R., Rafidiarison, H., Perré, P., Pierre, F., Belarbi, R., Issaadi, N., Abahri, K., Bejat, T., Piot, A., Wurtz, E., Duforestel, T., Daâge, M.C., Perrin, B., Coutand, M., Vololonirina, O., Pompéo, C., Jomaa, W., Lauffer, J.-S., Thiriet, P., Diss, R., Rémond, N., Legrand, O., 2014. Vers une méthode de conception HYGRO-thermique des BATiments performants : démarche du projet HYGRO-BAT 9.

B10 : Étude de la transition thermique des traitements de torréfaction - pyrolyse

LECONTE François¹, NTSIKA-MBOU Christ Yohan¹, PÉTRISSANS Anélie¹, COLIN Baptiste¹, PÉTRISSANS Mathieu¹

¹Université de Lorraine, Inra, LERMaB, F88000 Epinal, France
baptiste.colin@univ-lorraine.fr

Mots clés : Traitement thermique ; Analyse thermogravimétrique ; Torréfaction ; Pyrolyse

Contexte et objectifs

Le traitement thermique par torréfaction permet d'obtenir un matériau bois plus résistant aux attaques fongiques et plus stable d'un point de vue dimensionnel. La pyrolyse du bois est quant à elle utilisée en tant que pré-traitement de la biomasse en vue de son utilisation par la filière énergie. Les températures de traitement varient entre ces deux procédés. La torréfaction se déroule entre 150°C et 300°C tandis que la pyrolyse requiert des températures plus élevées, entre 350°C et 600°C. Dans le but de mieux comprendre les réactions de thermo-dégradation des différents constituants du bois, cette étude se focalise sur la transition thermique entre les deux procédés, soit une gamme de température comprise entre 250°C et 400°C.

Matériels et méthodes

Cette étude a nécessité la mise au point d'un dispositif expérimental dédié. Un réacteur cylindrique de rayon 50 cm et de hauteur 14 cm a été réalisé en acier inoxydable. Ce réacteur est placé dans un four pouvant atteindre 400°C. Le traitement thermique s'effectue sous azote, de ce fait deux orifices ont été positionnés en partie supérieure du réacteur, le premier pour permettre l'entrée de l'azote, le second pour évacuer l'azote excédentaire ainsi que les produits de réaction. Un doigt de gant a également été positionné au niveau du couvercle du réacteur afin de mesurer la température. Une sonde de température a également été placée dans le four, à proximité immédiate du réacteur. Ainsi, deux valeurs de température sont enregistrées en continu, à savoir la température à l'intérieur du réacteur et la température à l'intérieur du four.

Deux essences ont été considérées dans le cadre de cette étude, à savoir du peuplier et du sapin. Les échantillons sélectionnés se présentent sous forme d'éprouvettes de dimension 140mm/20mm/10mm. Ils sont placés dans une étuve à 103°C pendant 24 heures afin de stabiliser leur teneur en eau. Après les avoir pesés et mesurés à l'aide d'une balance de précision et d'un pied à coulisse numérique, les échantillons sont traités dans le réacteur pour des températures variant de 250°C à 400°C. La figure 1 présente le programme de traitement pour une température de 300°C.

Après le traitement, les échantillons sont à nouveau pesés et mesurés. Ils sont ensuite broyés et replacés dans l'étuve à 103°C. Une analyse thermogravimétrique est ensuite réalisée sur les poudres obtenues suivant le programme présenté à la figure 2. La montée en température est réalisée sous azote avec un débit de 100 mL.min⁻¹.

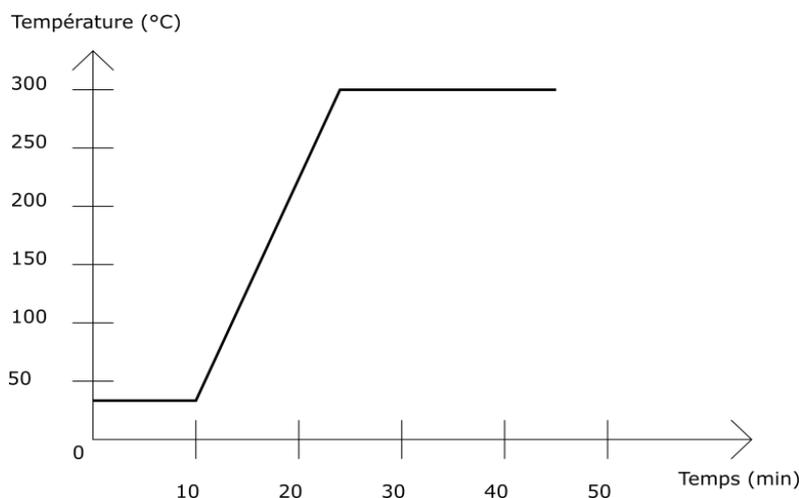


Fig. 1 : Programme de montée en température du réacteur. Exemple pour l'expérience à 300°C.

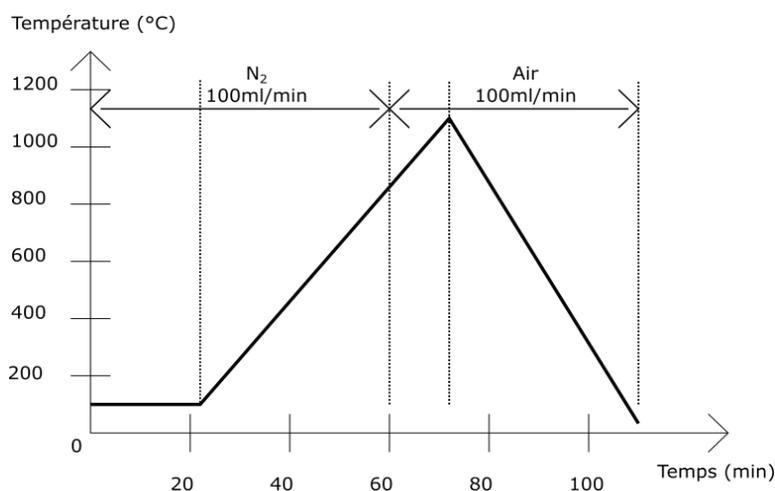


Fig. 2 : Programme de traitement pour l'analyse thermogravimétrique.

Résultats

Evolution massique et dimensionnelle

La figure 3 présente la perte de masse des deux essences étudiées entre 250°C et 400°C. D'après ces résultats, le peuplier tend à connaître une perte de masse plus importante que le sapin, et ce à toutes les températures. Pour les deux essences, il est possible de constater la présence de deux régimes. Entre 250°C et 325°C, la tendance de la perte de masse est exponentielle. Une rupture est constatée entre 325°C et 350°C. Entre 350°C et 400°C, la tendance de perte de masse suit un profil logarithmique, avec une asymptote entre 65% et 70% de perte de masse.

La rupture entre 325°C et 350°C est également perceptible sur la réduction de longueur à l'issue du traitement thermique (Figure 4). Pour les températures de traitement comprises entre 250°C et 325°C, la réduction en longueur est inférieure à 1%. Pour les températures supérieures à 350°C, la réduction de longueur est marquée. Cette réduction s'accompagne d'une déformation des échantillons. Ces derniers ont tendance à vriller, ce qui rend plus difficile la mesure de longueur et explique en partie les écarts de valeur entre différents échantillons d'une même essence pour une température donnée.

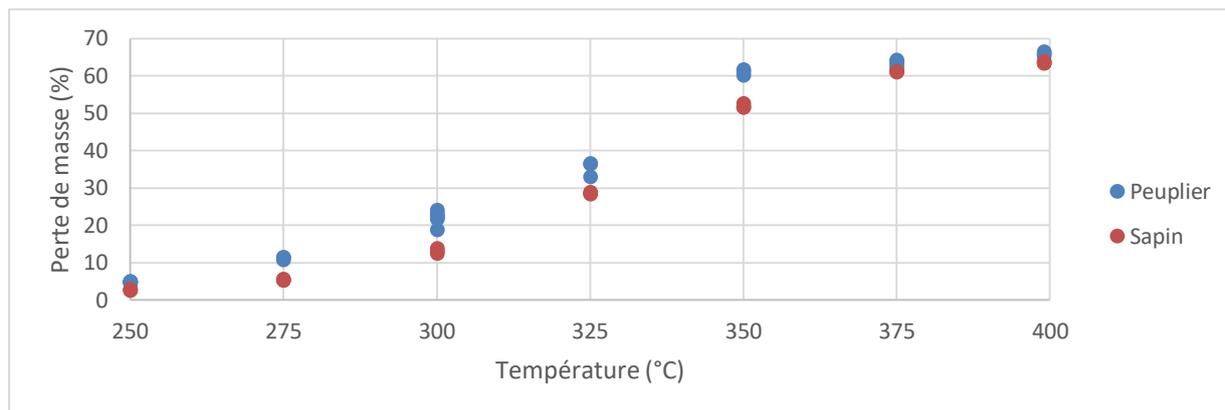


Fig. 3 : Perte de masse du peuplier et du sapin en fonction de la température de traitement. Pour chaque température, trois échantillons d'une même essence sont testés simultanément.

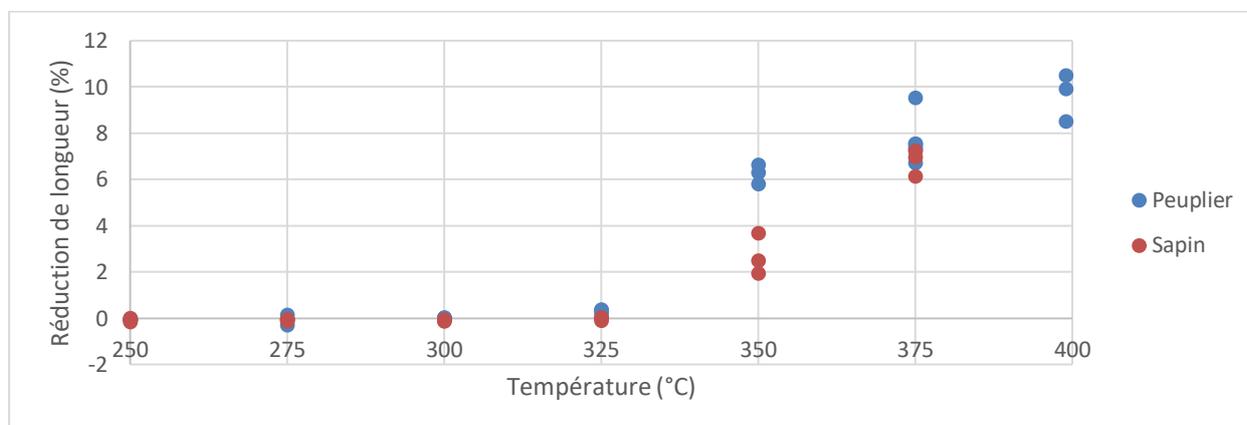


Fig. 4 : Réduction de longueur du peuplier et du sapin en fonction de la température de traitement. Pour chaque température, trois échantillons d'une même essence sont testés simultanément.

Analyse thermogravimétrique

La figure 5 présente la DTG du peuplier obtenue à la suite des analyses thermogravimétriques sur les échantillons broyés. Une première observation concerne l'épaule visible entre 250°C et 340°C. L'échantillon de peuplier non traité (103°C) présente une DTG en pente douce, tandis qu'un épaule de plus en plus prononcé est observé pour les températures de traitement comprises entre 250°C et 325°C. A l'inverse, aucun épaule c'est observé pour les traitements à 350°C et 375°C. Une seconde observation concerne le pic de DTG présent vers 360°C. Ce pic est prononcé pour l'échantillon non traité (103°C) et pour les échantillons traités à des températures comprises entre 250°C et 300°C. Dans le cas d'un traitement à 325°C, le pic est présent mais son amplitude est plus faible que pour des températures plus basses. Pour les échantillons traités à 350°C et 375°C, aucun pic n'est observé.

Des constatations similaires peuvent être formulées pour le cas du sapin (Figure 6). Pour les traitements compris entre 250°C et 300°C, plus la température de traitement est élevée, plus l'épaule est prononcé. Les traitements à 350°C et 375°C présentent des profils similaires pour le peuplier et le sapin, à savoir une absence d'épaule et de pic. La différence la plus notable entre les deux essences concerne le traitement à 325°C. Dans le cas du sapin,

l'épaulement est faiblement marqué et l'amplitude du pic est de l'ordre de 12%. Pour le peuplier, l'épaulement est très marqué et l'amplitude de variation de la DTG au niveau du pic est de l'ordre de 33%.

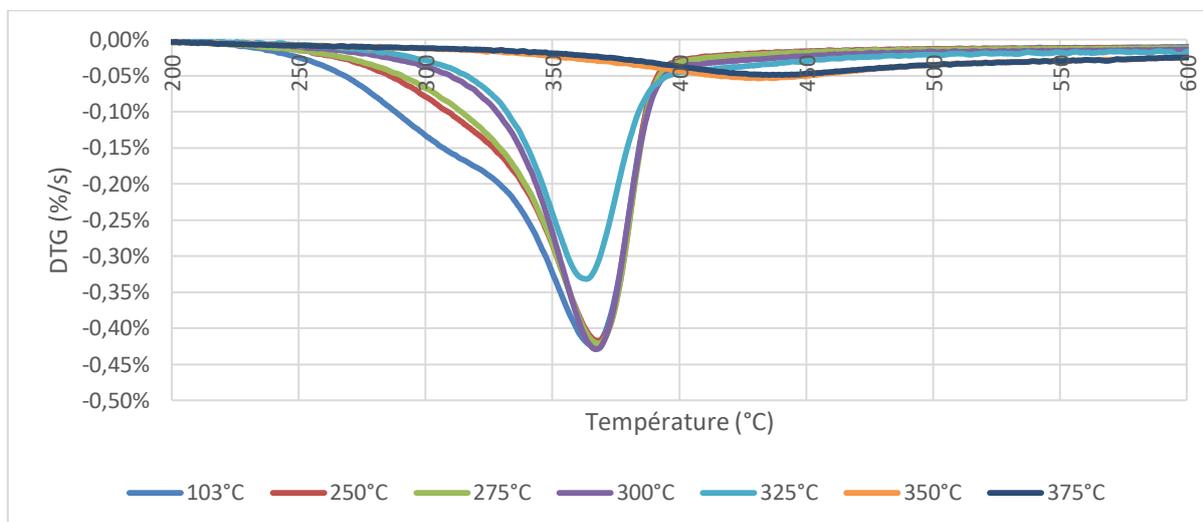


Fig. 5 : DTG du peuplier. Valeurs pour un échantillon non traité (103°C) et pour différentes températures de traitement.

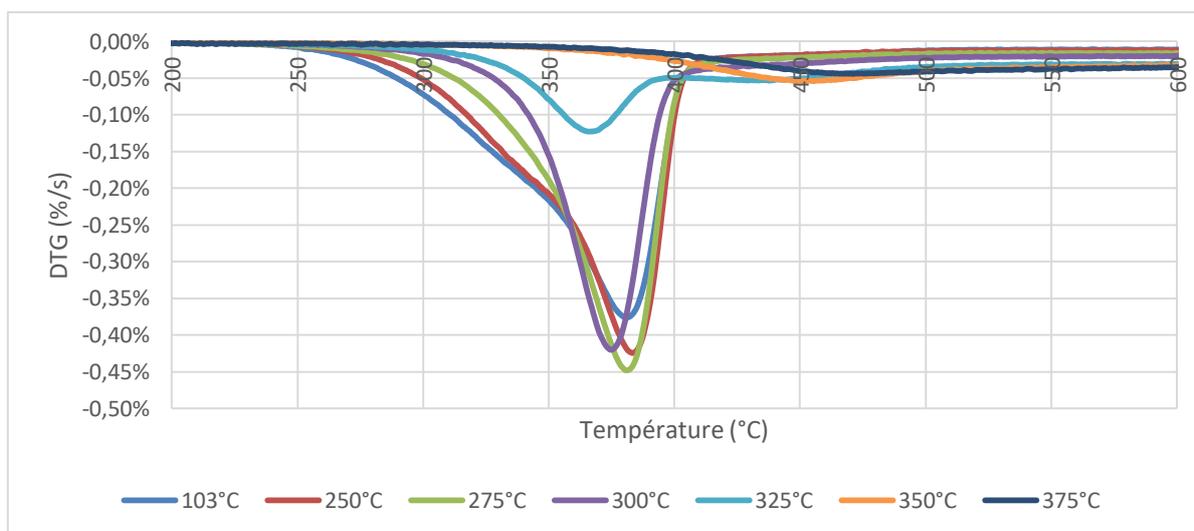


Fig. 6 : DTG du sapin. Valeurs pour un échantillon non traité (103°C) et pour différentes températures de traitement.

Conclusion et perspective

Ces premiers résultats mettent en évidence que les traitements thermiques à des températures inférieures à 300°C sont significativement différents des traitements thermiques à des températures supérieures à 350°C, et ce pour les deux essences étudiées. Au-dessus de 350°C, la perte de masse est supérieure à 50% et la réduction en longueur est comprise entre 2% et 10%. L'analyse thermogravimétrique démontre que les différents constituants du bois sont fortement dégradés dès lors que le traitement thermique est réalisé à plus de 350°C. Cette étude sera poursuivie en se focalisant sur un intervalle de température plus restreint (de 300°C à 350°C).

B11: Combining FTIR spectroscopy to multivariate analyses to characterize a lignin biosynthesis gene on transgenic Eucalyptus roots

Nils Bandel, Luciano Medina-Macedo, Ying Dai, Annabelle Dupas, Jacqueline Grima Pettenati, Fabien Mounet & Hua Cassan-Wang

Laboratoire de Recherche en Sciences Végétales, UMR 5546 UPS/CNRS - Toulouse, 24 Chemin de Borde Rouge, 31326 Castanet-Tolosan

Key words : FTIR, PCA, Eucalyptus, CCR, SCW, Lignin

Background

Eucalyptus is the most planted hardwood worldwide due its fast growth, wide environmental adaptability and wood properties. Since the availability of the *E. grandis* genome (Myburg et al, 2014), many genes potentially playing a role in wood formation have been recently highlighted. However, the functional characterization of these candidates has been hampered due to difficulties surrounding the regeneration system of genetically modified explants. In this sense, the LRSV team established a hairy root transformation system in *E. grandis* to analyze genes involved in the formation of secondary cell wall (SCW). In this study case the Cinnamoyl CoA Reductase (CCR) gene, a rate limiting enzyme of the lignin branch pathway, was selected to transform a selected *E. grandis* clone. Down-regulation of CCR using antisense RNA in Eucalyptus hairy roots led to well-known phenotypes commonly found in other plants such as a strong reduction in lignin content and collapsed xylem vessels (Plasencia et al, 2015). With the aim of setting up the powerful crispr-cas9 editing method in eucalyptus, we decided to also use the CCR gene for a proof of concept to understand its effects over the roots' SCW. Different editing events of transformed eucalyptus hairy roots were regenerated independently to later analyze the Fourier Transformed Infra-red (FT-IR) spectroscopy parameters. FT-IR is useful to obtain fast wood characterization, providing information about the structure of wood constituents and chemical changes in wood samples (Reyes-Rivera and Terrazas, 2017). If the complexity of wood structure prevents FT-IR to point out single specific chemical components of interest (Huang et al., 2012), the analyze of the whole FTIR spectra by multivariate statistical tools can be used to characterize differences between complex biological samples and provide clues concerning the chemical nature of their divergence (Bjarnestad & Dahlman, 2002). The Principal Component Analysis (PCA) is a multivariate statistical method that visually represents in few axes the main differences present in a data set, discarding its redundancies. We expected that combining FT-IR with PCA allow a quick, easy and cheap way to discriminate CCR-edited transgenic samples from wild type ones, based on their FT-IR spectra.

Material and Methods

The experiment was conducted on samples of milled Eucalyptus transgenic hairy roots. Transgenic CCR1 plants all integrated a CRISPR-Cas9 construct with two guides RNAs targeting the CCR1 gene (knock out CCR1 or KO-CCR1), and all of them contained mutations in CCR1 gene (KO-CCR1-1 to KO-CCR1-14). While the control plants were transformed with an empty vector, all contained normal CCR1 gene (no mutation in CCR1), DsRed was used as

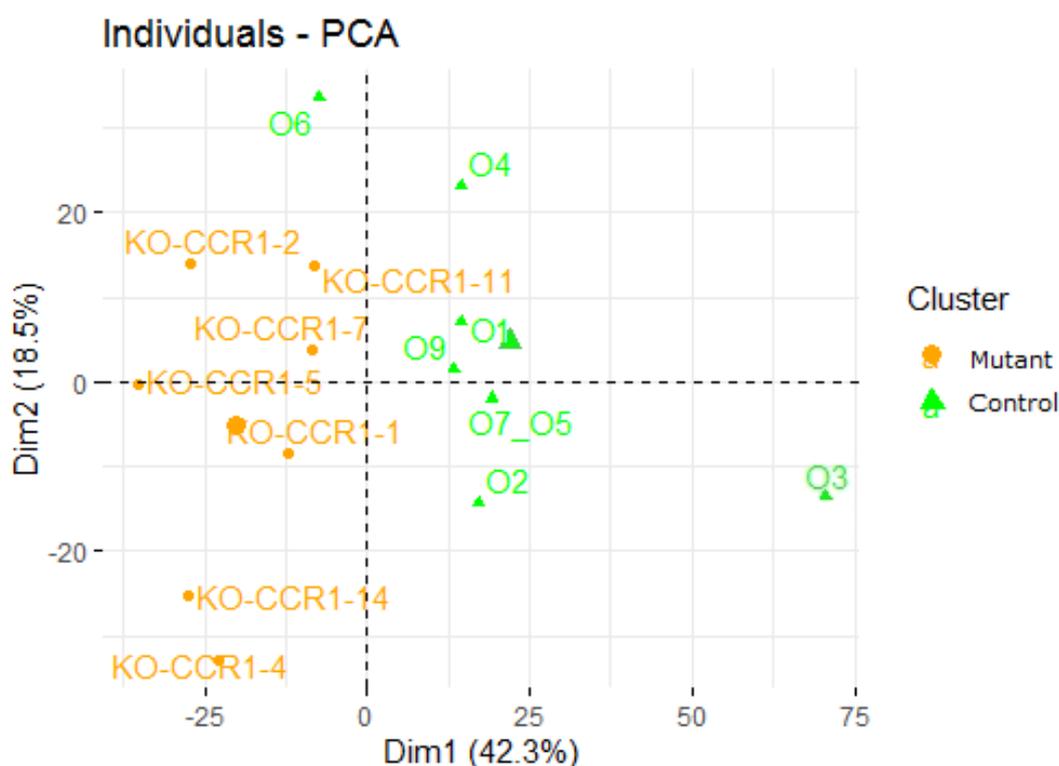
selective marker for both KO-CCR1 and control plants. In order to discriminate rapidly and efficiently between the chemotypes of the edited roots and the control ones, we tested a combination of Fourier Transformed Infra-red (FTIR) spectroscopy and multivariate analyses aiming to identify the most relevant regions discriminating the differences amongst the treatments. Spectras were collected with a Thermo Fisher iS50 equipment in absorbance mode ranging from 4000 to 400 cm^{-1} at 4 cm^{-1} resolution, using 32 scans per spectrum and collecting 10 times the spectras of each sample. The FT-IR data were initially normalized with the baseline in the R-Program, to later perform the PCA analysis aiming to discriminate the samples based on the differences between on the values of spectras.

Results

The results from PCA analysis enabled to separate the samples in two main clusters using the data from all the spectra range - Figure 1. In the Cluster 1 were placed the samples originated from a gene editing event, while in the Cluster 2 were grouped the control samples. Moreover, the two main dimensions were able to explain a bit more than 60% of the total variation among the samples.

Figure 1. Representation of the two main dimensions of PCA analysis grouping the samples in 2 clusters.

Since CCR down regulation have proven to not only induce a decrease in lignin content, but also modifications in their structure, we tried to identify which wavelenghts were more relevant to distinguish the two biological treatments. Thus we superposed the spectras of the medians for the two groups in order to see where these differences were stronger. Later, these findings were referred with the information available in literature related to SCW components.



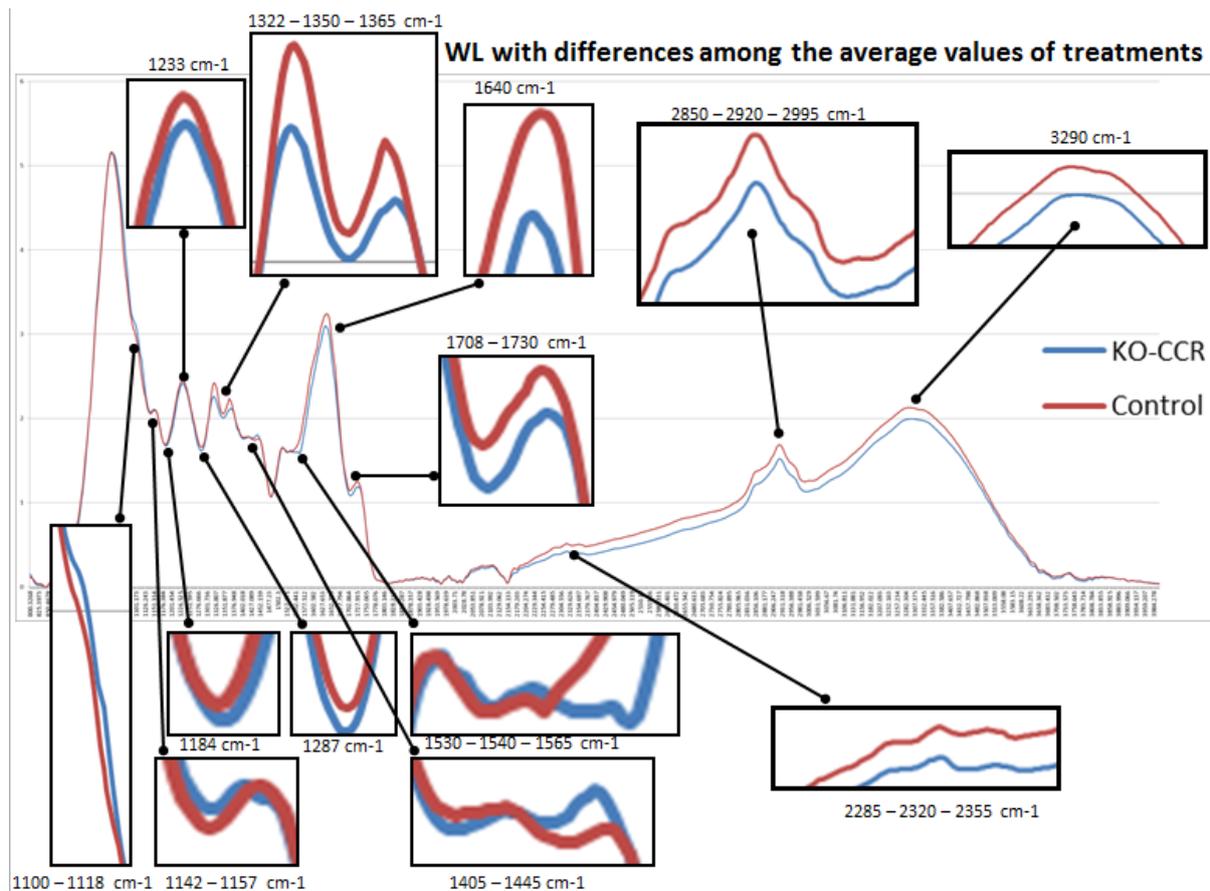


Figure 2. Identification of most discriminating spectras based on the median values from the Control and KO-CCR1 samples.

In spite the majority of relevant wavelenghts could be related to components such as lignin or cellulose, some of them could not be attributed. However, since FT-IR peaks correspond to bonds between atoms and since we were working on a mix of tissues, one peak can be attributed to many molecules. Thus, we attributed these new peaks to the fact that each genetic modification occurs in a unique signature in terms of its lignin content and structure, allowing the identification of new relevant regions suitable to distinguish the genetically modified samples in relation to the controls.

Conclusion

Combining FTIR measures with PCA analysis is possible to discriminate samples of wild type *E. grandis* from genetically modified KO-CCR1 explants. As the genetic material used to obtain the mutants is exactly the same from the controls, this discrimination is based mainly on the modification of their lignin content and structure (induced by the KO of CCR gene) but not exclusively. This methodology can be used to improve the knowledge surrounding the attribution of FTIR peaks when comparing wild types with genetically modified samples.

Bibliography

Alonso-Simón, A. et al. (2011) The use of FTIR spectroscopy to monitor modifications in plant cell wall architecture caused by cellulose biosynthesis inhibitors. *Plant Signaling & Behavior*, 6(8), pp. 1104–1110.

- Bjarnestad, S. and Dahlman, O., 2002. Chemical compositions of hardwood and softwood pulps employing photoacoustic Fourier transform infrared spectroscopy in combination with partial least-squares analysis. *Analytical Chemistry*, 74(22), pp.5851-5858.
- Carpita, N.C. et al. (2001) Cell Wall Architecture of the Elongating Maize Coleoptile. *Plant Physiology*, 127(2), pp. 551–565.
- Chen, L. et al. (1998) A rapid method to screen for cell-wall mutants using discriminant analysis of Fourier transform infrared spectra. *The Plant Journal*, 16(3), pp. 385–392.
- Cheng, X. et al. (2017) Characterization and analysis of CCR and CAD gene families at the whole-genome level for lignin synthesis of stone cells in pear (*Pyrus bretschneideri*) fruit. *Biology Open*, 6(11), pp. 1602–1613.
- Huang, Y. et al. (2012) Analysis of Lignin Aromatic Structure in Wood Based on the IR Spectrum. *Journal of Wood Chemistry and Technology*, 32(4), pp. 294–303.
- Jolliffe, I. (2011) Principal Component Analysis. In: Lovric, M. (ed.) *International Encyclopedia of Statistical Science*. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, pp. 22–32.
- Kacuráková, M. (2000) FT-IR study of plant cell wall model compounds: pectic polysaccharides and hemicelluloses. *Carbohydrate Polymers*, 43(2), pp. 195–203.
- Kagale, S. and Rozwadowski, K. (2011) EAR motif-mediated transcriptional repression in plants: An underlying mechanism for epigenetic regulation of gene expression. *Epigenetics*, 6(2), pp. 141–146.
- Mouille, G. et al. (2003) Classification and identification of *Arabidopsis* cell wall mutants using Fourier-Transform InfraRed (FT-IR) microspectroscopy. *The Plant Journal*, 35(3), pp. 393–404.
- Myburg, A.A., Grattapaglia, D., Tuskan, G.A., Hellsten, U., Hayes, R.D., Grimwood, J., Jenkins, J., Lindquist, E., Tice, H., Bauer, D. and Goodstein, D.M., 2014. The genome of *Eucalyptus grandis*. *Nature*, 510(7505), p.356.
- Plasencia, A., Soler, M., Dupas, A., Ladouce, N., Silva-Martins, G., Martinez, Y., Lapiere, C., Franche, C., Truchet, I. and Grima-Pettenati, J., 2016. *Eucalyptus* hairy roots, a fast, efficient and versatile tool to explore function and expression of genes involved in wood formation. *Plant biotechnology journal*, 14(6), pp.1381-1393.
- Radotić, K. and Mičić, M. (2016) Methods for Extraction and Purification of Lignin and Cellulose from Plant Tissues. In: Micic, M. (ed.) *Sample Preparation Techniques for Soil, Plant, and Animal Samples*. New York, NY: Springer New York, pp. 365–376.
- Rana, R. et al. (2010) FTIR spectroscopy, chemical and histochemical characterisation of wood and lignin of five tropical timber wood species of the family of Dipterocarpaceae. *Wood Science and Technology*, 44(2), pp. 225–242.
- Reyes-Rivera, J. and Terrazas, T. (2017) Lignin Analysis by HPLC and FTIR. *Methods in Molecular Biology* (Clifton, N.J.), 1544, pp. 193–211.
- Rodrigues, J., Faix, O. and Pereira, H. (2009) Determination of Lignin Content of *Eucalyptus globulus* Wood Using FTIR Spectroscopy. *Holzforschung - International Journal of the Biology, Chemistry, Physics and Technology of Wood*, 52(1), pp. 46–50.
- Sammons, R.J. et al. (2013) Characterization of Organosolv Lignins using Thermal and FT-IR Spectroscopic Analysis. *BioResources*, 8(2), pp. 2752–2767.

Stewart, D. (2008) Lignin as a base material for materials applications: Chemistry, application and economics. *Industrial Crops and Products*, 27(2), pp. 202–207.

Suutarinen, J., Änäkäinen, L. and Autio, K. (1998) Comparison of Light Microscopy and Spatially Resolved Fourier Transform Infrared (FT-IR) Microscopy in the Examination of Cell Wall Components of Strawberries. *LWT - Food Science and Technology*, 31(7), pp. 595–601.

Szymanska-Chargot, M. and Zdunek, A. (2013) Use of FT-IR Spectra and PCA to the Bulk Characterization of Cell Wall Residues of Fruits and Vegetables Along a Fraction Process. *Food Biophysics*, 8(1), pp. 29–42.

B12: Properties of plant fibres and bio-based assemblies at the nanoscale

AGUIE-BEGHIN Véronique¹, COSTE Raphaël^{1,2}, MARCUELLO Carlos¹, TETARD Laurene², MOLINARI Michaël^{3,4}, CHABBERT Brigitte¹

¹ FARE Laboratory, INRA, Université de Reims Champagne-Ardenne, 51100 Reims, France

² Nanoscience Technology Center, University of Central Florida, Orlando, FL 32826, USA

³ Laboratoire de Recherche en Nanosciences, Université de Reims-Champagne Ardenne, 51100 Reims, France

⁴ CBMN UMR CNRS 5248, Université de Bordeaux, INP Bordeaux, 33600 Pessac, France
brigitte.chabbert@inra.fr

Keywords : Plant fibres, lignocellulosic films, AFM, nanomechanical, adhesion forces spectroscopy

Introduction

Lignocellulosic biomass represents a very promising renewable resource to contribute to the global demands in sustainable production of energy, chemical, and materials (Menon et al., 2012; Fortunati et al., 2016). In particular, the development of natural fibre composites is receiving increasing interest in industry owing to the properties of the plant fibres such as mechanical performances, low density, insulation... The physicochemical properties of plant fibres depend on both processing steps and botanic origin, and involve multiscale levels from macroscopic to supramolecular architecture of the plant cell wall. Thus reaching a full understanding of plant cell walls structure, composition and interaction between polymers requires multiscale characterization (Salmen and Burgert, 2009).

Mapping of the cell walls properties and chemical composition can be addressed at nanoscale level by scanning probe microscopy characterization. In addition Single Molecule Force Spectroscopy (SFMS) can allow investigation on the interactions between cell-wall polymers at nanoscale. All these nanoscale methodologies require appropriate sample preparation of plant fibres, such as flat and smooth surfaces. Thus resin embedding which is generally used prior sectioning plant samples for microscopy may have an impact on the nanoscale properties of the cell walls. Moreover, the SMFS measurements require a full control of the AFM tip-less functionalization step to get reliable results on interactions with cellulose nanocrystals, which is the load-bearing component of the plant cell walls and novel biobased nanocomposites.

Results

Nanoscale measurements with Quantitative Nanomechanical AFM modes (PF-QNM) reveal important stiffness variations between the primary cell wall layers, the secondary cell wall layers and the middle lamellae (Fig 1.), which could not be resolved with macroscopic experiments or nanoindentation. The impact of resin embedding was dependent on the type of polymer used, and was related to the extent of diffusion within the cell walls as revealed by local chemical composition measurements obtained with Raman spectroscopy and nano infrared microscopy technique (AFM-IR) (Coste, 2019). To better understand mechanical properties of the different lignified cell-wall layers, we have developed a strategy based on lignocellulosic assemblies with increasing complexity. Measurements of the reduced Young's moduli performed on the different lignified cell wall layers compared with those performed on the corresponding lignocellulosic films clearly show the importance of the lignin in the mechanical properties of cell walls (Fig. 1) (Muraille et al., 2017).

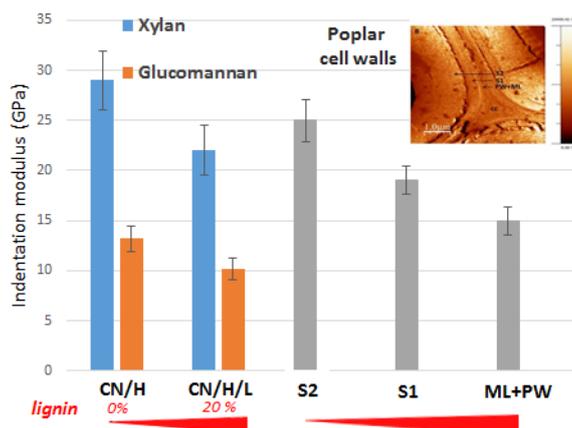


Fig. 1 : Impact of lignin on the indentation moduli of reconstituted films and the cell wall layers of poplar fibre

Then to determine adhesion force between lignocellulosic polymers at nanoscale, an original procedure based on Langmuir-Blodgett technique has been implemented for AFM tip-less functionalization with cellulose nanocrystals (CNCs) and compared with classical chemical strategies (Marcuello et al., 2018).

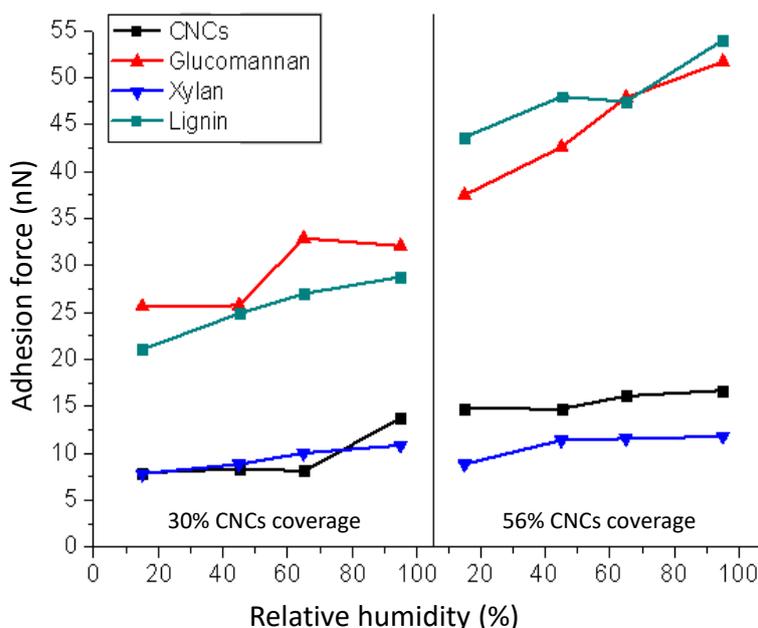


Fig. 2 : Effect of relative humidity on adhesion force between lignocellulosic films and CNCs at two CNCs coverage on the AFM lever (30 and 56%)

Structural characterization and SMFS measurements on lignocellulosic polymers show that this strategy enables a precise control of the lever coverage improving the accuracy of the adhesion measurement. Thus, increasing the CNC coverage promotes stronger adhesion between the CNC-functionalized lever and hemicellulose film surfaces. Finally, performing AFM measurements under controlled environment allowed us to precisely evaluate the effect of relative humidity on the mechanical and adhesion properties of lignocellulosic polymer assemblies (Fig. 2) (Marcuello et al, 2019) and plant cell walls at nanoscale (Coste, 2019).

Acknowledgements

The authors thank the Région Grand Est, the European FEDER Program, the Fulbright program and the US Sun grant initiative for their financial support.

References

- Coste R (2019) Caractérisation des propriétés physico-chimiques des parois des fibres végétales à l'échelle nanométrique. Thèse de doctorat, Université de Reims Champagne-Ardenne.
- Fortunati E, Yang W, Luzi F, Kenny J, Torre L, Puglia D (2016) Lignocellulosic nanostructures as reinforcement in extruded and solvent casted polymeric nanocomposites: an overview. *European Polymer Journal*, 80, 295-316.
- Marcuello C, Foulon L, Chabbert B, Molinari M, Aguié-Béghin V (2018) Langmuir–Blodgett procedure to precisely control the coverage of functionalized AFM cantilevers for SMFS measurements: Application with cellulose nanocrystals. *Langmuir*, 34, 9376–9386.
- Marcuello C, Foulon L, Chabbert B, Molinari M, Aguié-Béghin V (2019) Atomic force microscopy reveals how relative humidity impacts the Young's modulus of lignocellulosic polymers and their adhesion with cellulose nanocrystals. *International Journal of Biological Macromolecules* (in press)
- Menon V, Rao M (2012) Trends in bioconversion of lignocellulose: biofuels, platform chemicals and biorefinery concept. *Progress in Energy and Combustion Science*, 38, 522–550.
- Muraille L, Aguié-Béghin V, Chabbert B, Molinari M (2017) Bioinspired lignocellulosic films to understand the mechanical properties of lignified plant cell walls at nanoscale. *Scientific Reports*, 7, 44065.
- Salmen L, Burgert I (2009) Cell Wall Features with Regard to Mechanical Performance. A Review. *Holzforschung*, 63, 121-129.

B13 : Le bois observé par un laser

BESSEAU Benoît¹, POT Guillaume¹, COLLET Robert¹, VIGUIER Joffrey¹,
Jean-Claude BUTAUD¹

¹ Arts et Métiers, LaBoMaP (EA 3633), rue Porte de Paris, 71250 Cluny
benoit.besseau@ensam.eu

Mots clefs : laser ; anatomie ; orientation des fibres ; diffusion de la lumière

Contexte et objectifs

Dans les usines de transformation du bois, de plus en plus de capteurs sont installés sur les lignes de production. Avec les données acquises il est non seulement possible d'automatiser les procédés mais aussi d'effectuer du contrôle de production en direct. Ainsi, plusieurs fabricants proposent des scanners regroupant différents capteurs dont certains permettent de mesurer l'orientation des fibres grâce à des lasers points. Ces machines sont conçues essentiellement pour réaliser de la détection des nœuds. Un fabricant cependant, WoodEye, a fait homologuer une machine permettant de faire du classement mécanique en utilisant les mesures d'orientation des fibres.

La mesure de l'orientation des fibres avec un laser point se base sur l'observation physique suivante : lorsque qu'un rayon laser est projeté perpendiculairement à une surface de bois, il est possible d'observer une tache lumineuse de forme allongée quasi-elliptique dont la direction principale correspond à la direction locale des fibres. Les premières observations et études ont été faites sur des résineux, c'est pourquoi ce phénomène est appelé dans la littérature « effet trachéide ». Bien que l'explication physique du phénomène soit encore discutée, c'est de « diffusion de la lumière » dont il est le plus souvent question (Nyström 2003, Simonaho *et al.* 2004). Dans leur analyse de la diffusion de la lumière dans les résineux, Kienle *et al.* (2008) considèrent que l'anisotropie de la diffusion de la lumière est causée par les trachéides seules, tandis que les autres cellules (parenchymes, ...) génèrent une diffusion isotrope.

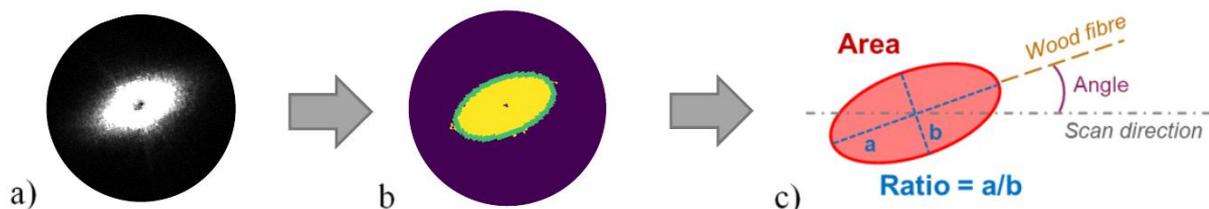


Fig. 1 : a) Image en niveaux de gris de la diffusion d'un laser sur une surface de bois.
b) Binarisation et *fit ellipse*. c) Schéma d'une ellipse avec l'aire, le ratio et l'angle.

La tache lumineuse observée est alors approximée par une ellipse (Fig. 1). La numérisation de l'image permet de définir une équation d'ellipse afin de calculer l'orientation du grand axe de l'ellipse dans le repère de la planche, ce qui donne l'orientation des fibres. Dans la littérature, l'angle de l'ellipse est le paramètre le plus étudié. Deux autres paramètres sont cependant riches d'informations et rarement mis en avant : le rapport entre les axes de l'ellipse, appelé ratio, et l'aire de l'ellipse. Briggert *et al.* (2016) ont utilisé le ratio dans un modèle 3D de détermination de la position du nœud dans des planches d'épicéa. Simonaho *et al.* (2003) ont calculé l'aire en pixels des taches lumineuses elliptiques pour mettre en évidence l'influence de l'humidité sur la diffusion de la lumière sur le bois. Hu *et al.* (2004) présentent des résultats de grands axes et

petits axes pour comparer la forme des taches elliptiques en fonction de différentes orientations des fibres d'une éprouvette. De plus, il y a peu de données mettant en relation l'humidité du bois et la diffusion de la lumière. L'influence des plans d'orthotropie L/R et L/T de l'éprouvette scannée n'est pas étudiée. Or les caractéristiques anatomiques de ces plans peuvent agir sur la diffusion du laser.

Les objectifs de ces travaux sont d'une part d'apprécier l'influence de l'anatomie de plusieurs essences de bois sur le phénomène de diffusion de la lumière et d'autre part de décrire et valider la mesure de l'orientation des fibres du bois frais de sciage.

Matériel et méthode

L'échantillonnage est composé d'éprouvettes de chêne sec, de chêne frais de sciage, de châtaignier sec, de douglas sec et de peuplier sec. Chacun de ces 5 groupes est composé de 5 éprouvettes débitées sur dosse (plan LT) et de 5 éprouvettes débitées sur quartier (plan LR). Soit un total de 10 éprouvettes par groupe dont les dimensions sont 100 x 100 x 20 mm³. Une éprouvette de HDF de mêmes dimensions complète cet échantillonnage.

L'ensemble des mesures réalisées sur les éprouvettes de chêne frais a été réalisé dans les 5 heures suivant leur débit en scierie. En dehors des temps de mesures, elles ont été stockées bois sur bois pour limiter le séchage des surfaces étudiées.

Le scanner laser utilisé a été développé par le LaBoMaP d'Arts et Métiers à Cluny suite aux travaux de Daval *et al.* (2015). Il s'agit d'un prototype de scanner industriel avec un système de convoyage permettant de faire défiler des planches sous la partie capteurs qui est fixe. Le laser infra-rouge utilisé a une puissance de 300 mW à l'entrée du système optique séparant le faisceau incident en 24 faisceaux formant une ligne de points espacés de 1 cm au niveau de l'éprouvette scannée (Fig. 2-a). Une caméra infra-rouge permet l'acquisition d'images en niveaux de gris à une cadence d'une image par millimètre de défilement de la planche.

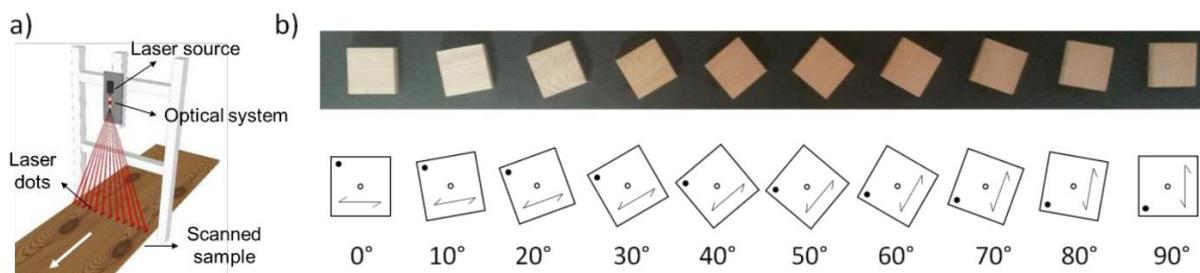


Fig. 2 : a) Schéma de principe du scanner utilisé.

b) Éprouvettes orientées sur un support permettant des scans de 0 à 90°.

Les éprouvettes de chacun des 5 groupes ont été scannées avec une orientation de 0° à 90° par pas de 10° (Fig. 2-b). Cette opération a permis d'une part de vérifier la bonne mesure de l'orientation des fibres et d'en déterminer la précision. D'autre part, ce protocole a permis d'accroître le nombre de mesures en des points différents de l'éprouvette, augmentant ainsi la résolution.

Ensuite, pour chaque éprouvette, les données mesurées aux 10 orientations ont été superposées pour obtenir une unique cartographie par paramètre étudié. Pour le paramètre « angle », il est possible de calculer la valeur moyenne des mesures pour une éprouvette, notée $\overline{y_{epr}}$. Cette valeur est considérée comme l'orientation moyenne réelle des fibres de l'éprouvette. L'erreur de mesure δ_i est définie comme la différence entre la valeur moyenne à chaque itération ($\overline{y_i}$) et

la valeur moyenne des mesures pour une éprouvette additionnée de l'orientation de l'éprouvette (ϕ_i) :

$$\delta_i = \bar{y}_i - (\overline{y_{epr}} + \phi_i) \quad (1)$$

Résultats et discussion

Les erreurs de mesure moyennes en fonction des essences et des plans d'orthotropie sont données dans la Fig. 3. Le plan de débit et l'essence scannée ont une influence sur l'erreur de mesure. Pour les débits sur dosse (plan LT), l'erreur de mesure est systématiquement inférieure à 1°, alors que pour certaines essences, l'erreur est plus élevée pour les éprouvettes débitées sur quartier (plan LR), pouvant atteindre presque 2° pour le chêne frais de sciage. Ces résultats montrent que la mesure sur du chêne frais aussitôt après sciage avec des lasers points est possible.

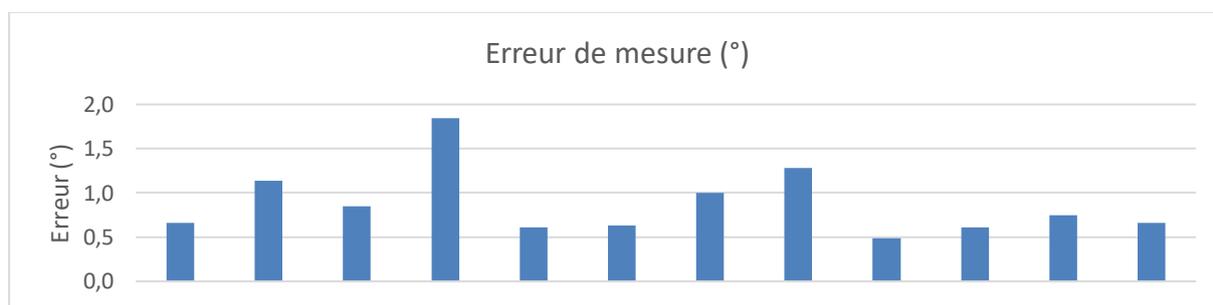


Fig. 3 : Erreur de mesure de l'orientation des fibres en fonction des plans LR et LT et des essences

D'une essence à l'autre, la lumière des lasers ne se diffuse pas de la même façon à la surface des éprouvettes. La géométrie des taches elliptiques peut être décrite par le ratio de l'ellipse. L'analyse de la cartographie de ce paramètre a permis de faire ressortir les caractéristiques anatomiques des essences et de leurs plans d'orthotropie.

Pour le chêne, les ratios sont plus petits dans les rayons ligneux que dans les fibres (Fig. 4). Les taches lumineuses y sont presque circulaires et cela montre que la lumière se diffuse aussi dans la direction de ces gros amas de parenchymes. Du point de vue de la mesure des angles, c'est un mélange entre l'orientation longitudinale des fibres et celle radiale des parenchymes qui est calculée dans les rayons ligneux. De plus, le faible ratio rend plus incertain la détection de l'orientation de l'ellipse. L'influence des rayons ligneux est aussi notable pour le peuplier où les ratios moyens passent d'une valeur de 2,4 pour les éprouvettes de dosse à 1,9 pour les éprouvettes sur quartier. Cela se traduit par une augmentation de la taille du petit axe.

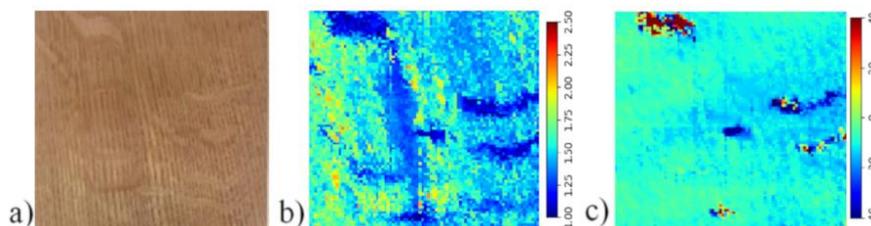


Fig. 4 : Quartier chêne : a) Image couleur, b) carte des ratios, c) carte des angles

Pour le chêne débité sur dosse, il est possible d'identifier visuellement le bois d'été de la zone initiale poreuse. Les ratios sont plus faibles dans la zone initiale poreuse (Fig. 5-a, b). Ce même phénomène peut s'observer pour le châtaignier.

Sur les éprouvettes de douglas, c'est la différence entre le bois de printemps et le bois d'été qui est visible grâce à l'analyse de la forme de la diffusion des rayons laser (Fig. 5-c, d).

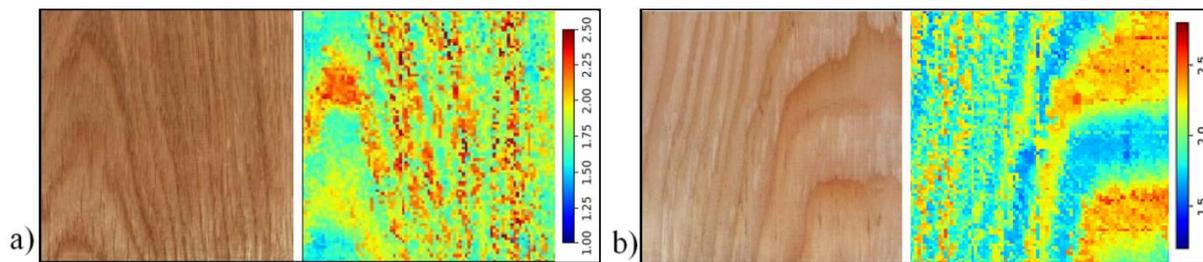


Fig. 5 : a) Dosse de chêne et carte des ratios correspondante.

b) Dosse de douglas et carte des ratios correspondante.

Conclusion et perspectives

La technologie des scanners avec des lasers points permet non seulement de mesurer l'orientation des fibres avec une bonne précision, autour de 1° dans cette étude, mais aussi de faire ressortir des spécificités anatomiques liées aux essences scannées. La lumière se diffuse différemment selon que le faisceau laser est projeté sur du bois d'été, du bois de printemps, une zone initiale poreuse ou encore un rayon ligneux.

Les résultats de cette étude pourront être utilisés afin d'automatiser en scierie de feuillus le classement mécanique grâce aux mesures de l'orientation des fibres ainsi que le classement esthétique des sciages à partir d'une analyse plus complète de la diffusion de la lumière.

Remerciements

Les auteurs remercient la région Bourgogne-Franche-Comté, Xyloforest et le groupe Ducerf pour leur soutien financier au niveau des moyens techniques et humains mis en œuvre dans ce projet.

Références

- Briggert, Andreas, Anders Olsson, et Jan Oscarsson, (2016). Three-dimensional modelling of knots and pith location in Norway spruce boards using tracheid-effect scanning. *European Journal of Wood and Wood Products*, 74(5), 725–739.
- Daval V., Pot G., Belkacemi M., Meriaudeau F., and Collet R., (2015), Automatic measurement of wood fiber orientation and knot detection using an optical system based on heating conduction. *Optics Express*, 23(26), 33529–33539.
- Hu, Chuanshuang, Chiaki Tanaka, et Tadashi Ohtani. (2004) On-Line Determination of the Grain Angle Using Ellipse Analysis of the Laser Light Scattering Pattern Image. *Journal of Wood Science* 50, n° 4: 321-26.
- Kienle A., C. D'Andrea, F. Foschum, P. Taroni and A. Pifferi, (2008), Light Propagation in Dry and Wet Softwood. *Optical Society of America* 16: 12.
- Nyström, Jan, (2003) Automatic measurement of fiber orientation in softwoods by using the tracheid effect, *Computers and Electronics in Agriculture* 41 91/99
- Simonaho, Simo-Pekka, Jari Palviainen, Yrjö Tolonen, et Raimo Silvennoinen, (2004) Determination of wood grain direction from laser light scattering pattern. *Optics and Lasers in Engineering* 41, n° 1: 95–103.

B14 : Propriétés mécaniques en flexion de LVL de gros douglas

DURIOT Robin¹, FRAYSSINHES Remy¹, RESCALVO Francisco J.², COLLET Robert¹,
DENAUD Louis¹, GIRARDON Stéphane¹, POT Guillaume¹

¹ Arts et Métiers, LaBoMaP (EA 3633) Rue Porte de Paris, 71250 Cluny, France

² Building Engineering School. University of Granada. Campus Fuentenueva s/n. 18071.
Granada, Spain.

robin.duriot@ensam.eu

Mots clés : Laminated Veneer Lumber, douglas, gros bois, caractérisation mécanique, flexion quatre points, rigidité, résistance.

Contexte et objectifs

Selon un rapport rendu au Sénat le 26 juin 2019, le vieillissement du patrimoine des ponts du réseau routier est un problème à traiter en France. Le remplacement progressif d'environ 10% de ces ouvrages est à envisager dès à présent. Une des solutions proposées à la région Bourgogne-Franche-Comté est l'élaboration de ponts mixtes bois béton. Efficaces, comparativement plus légers, rapides de mise en œuvre, plus écologiques et économiques, ils permettent par ailleurs la valorisation d'essences locales dans des qualités relativement basses. Cela est rendu possible par le choix d'un procédé de première transformation, le déroulage, permettant la composition d'un matériau multiplis composite appelé lamibois, au comportement mécanique augmenté par rapport au bois massif dont il est issu. La thèse « Développement de produits lamellés issus du déroulage de douglas pour des ponts et autres solutions constructives mixtes bois-béton collés », effectuée au LaBoMaP de Cluny, vise à optimiser ce matériau dans la conception des poutres de tablier. Cela passe notamment par une répartition optimisée dans tout le matériau des défauts tels que la nodosité et la variation de pentes de fils.

Cependant, avant toute étape d'optimisation, il est nécessaire d'étudier le comportement mécanique du LVL sans plis croisés constitué à partir d'une ressource représentative du douglas français (100 m³ de bois transformés issus de 3 communes de Corrèze : Larfeuil, Ambrugeat et Neuvic d'Ussel). Il n'y avait jusqu'alors pas d'étude d'ampleur sur le LVL issu de cette ressource. Certains résultats ont été présentés aux assises France Douglas.

Ce court article présente les premiers résultats d'essais de flexion quatre points sur chant de poutres de duramen de douglas selon deux configurations géométriques. Seule la configuration sur chant est testée car elle est la configuration préférée dans son intégration par poutre à une structure pont.

Matériels et méthodes

Les essais destructifs de flexion quatre point sur chant des poutres de LVL ont été réalisés sur banc de flexion. Il est équipé d'un vérin électrique de 100 kN avec un capteur de charge, d'un capteur de flèche locale type LVDT et d'un capteur de flèche globale type potentiomètre rotatif. Les appuis inférieurs et supérieurs sont constitués de plaques métalliques de 4 cm de largeur montées sur pivot.

Les poutres dites mères, d'une population de 20 corps d'épreuves, sont de dimensions 45 mm (profondeur) x 120 mm (hauteur) x 2500 mm (longueur). Elles ont été testées selon la norme NF EN 408, c'est-à-dire avec un écartement entre chaque appui de 6 fois la hauteur de la poutre

(720 mm). Les poutres dites filles sont de dimensions 45 mm (profondeur) x 45 mm (hauteur) x 850 mm (longueur). Elles sont prélevées aux extrémités de chaque poutre mère selon le schéma de la Figure 1.

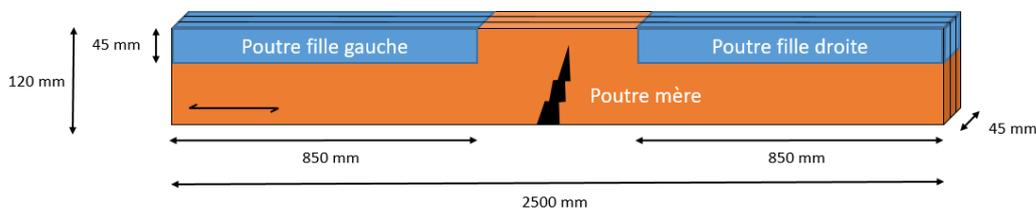


Figure 1 : Schéma de découpe des poutres filles dans les poutres mères testées

La localisation de découpe des poutres filles est justifiée majoritairement par la raison suivante : le matériau offre une meilleure intégrité aux extrémités en partie haute, c'est à dire loin de la zone de rupture majoritairement centrale et dans la partie en compression de la poutre mère. Les poutres filles ont été testées selon le positionnement des appuis illustré dans la Figure 2.

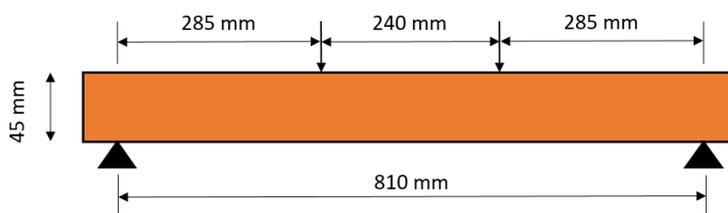


Figure 2 : Schéma de positionnement de l'éprouvette d'essai filles en flexion quatre points

Une mesure d'humidité a été effectuée sur un échantillon aléatoire d'éprouvettes, permettant d'estimer que l'humidité du bois est comprise entre 6 et 8 %.

Résultats et discussions

Il est à noter qu'un certain nombre de valeurs de modules d'élasticité globaux et locaux n'a pas pu être exploité, en raison de poutres filles présentant des ruptures ou amorces de rupture qui avaient des comportements non linéaires. Les figures 4 à 7 présentent les résultats de contrainte de rupture ou de module pour chaque poutre mère associée à ses filles, classées par ordre croissant de valeur de la poutre mère.

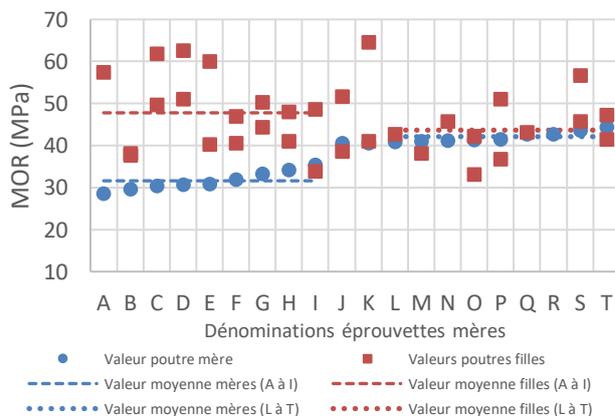


Figure 4 : Valeurs de contraintes de rupture en flexion des corps d'épreuves parents et enfants

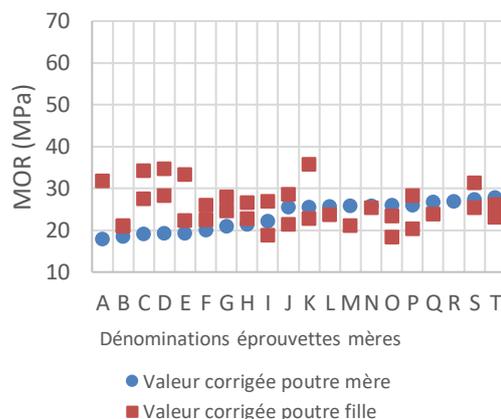


Figure 5 : Valeurs corrigées de contraintes de rupture en flexion (équation 1) des corps d'épreuves mères et filles

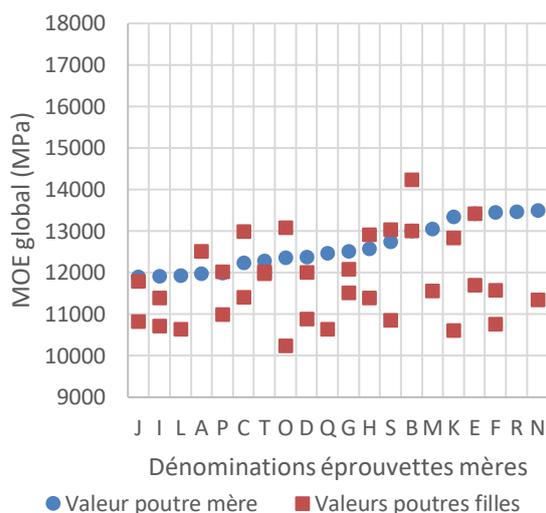


Figure 6 : Valeurs de modules élastiques globaux en flexion des corps d'éprouvettes parents et enfants

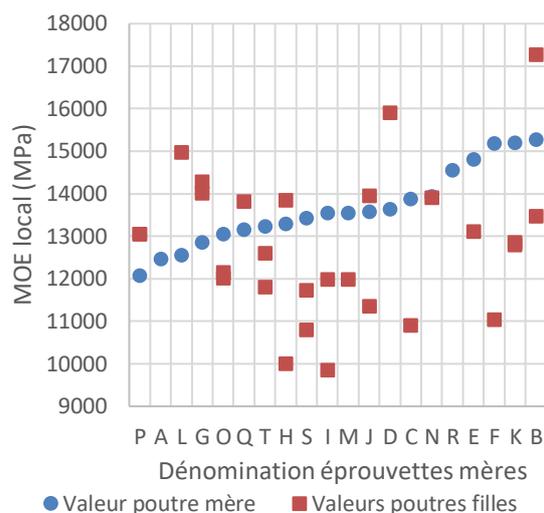


Figure 7 : Valeurs de modules élastiques locaux en flexion des corps d'éprouvettes parents et enfants

D'après la Figure 4, les poutres filles ont une contrainte à rupture d'autant plus élevée (d'A à I) que la résistance de la poutre mère dont elles sont issues est faible (+51,2 %). En revanche, cet écart disparaît pour les poutres mères (de L à T) les plus résistantes (+3,7 %). Ceci pourrait s'expliquer par une différence d'homogénéité dans la répartition des défauts des panneaux utilisés, malgré une qualité initiale de bois équivalente : les poutres mères de plus faibles résistances avaient probablement des défauts concentrés localement, les poutres filles avaient donc moins de défauts et se sont donc révélées plus résistantes. Les poutres mères les plus résistantes étaient probablement plus homogènes, d'où des résistances similaires avec leurs poutres filles. Si ce comportement se confirme, il tend à montrer qu'une caractérisation des placages lors du déroulage ainsi qu'une meilleure répartition des qualités de placages dans le LVL soient importants et puissent permettre d'obtenir de meilleures résistances caractéristiques (fractile à 5 %). En moyenne, la résistance des poutres filles comparée aux poutres mères est de +30 % pour un écart type de 27 %. Cela est probablement dû à l'effet de taille préalablement décrit.

La norme NF EN 14374 propose de corriger cet effet par la prise en compte d'un facteur de correction prenant comme référence une poutre de 300 mm de hauteur (Equation 1).

$$k_{m,corr} = \left(\frac{b}{300} \right)^s$$

Equation 1 : Facteur de correction $k_{m,corr}$

Avec b la largeur de l'éprouvette testée et s le paramètre d'effet de dimension, $s = 2v - 0.05$ avec v le coefficient de variation des résultats.

Ce facteur a pour effet de diminuer les valeurs de résistance (Figure 5), ce davantage pour les poutres filles que les poutres mères du fait de leur hauteur différente (respectivement 45 et 120mm). La résistance des filles des poutres mères les plus résistantes (dénommées d'A à I) a tendance à être sous-évaluée, tandis que pour les filles des mères les moins résistantes

(dénommées de L à T), leur résistance reste, elle, surévaluée. En moyenne, la contrainte de rupture des poutres filles n'est plus que de +15 %, avec un écart type de 31 %.

Concernant la rigidité (Figures 6 et 7), on note globalement un moindre module d'élasticité des poutres filles par rapport à leur mère : -6,2 % en moyenne des valeurs de module d'élasticité globaux des poutres filles (écart-type de 7.9 %) et -5.7 % en moyenne des valeurs de module d'élasticité locaux des poutres filles (écart-type de 14 %). Il est difficile de conclure sur les tendances à observer étant donnée la répartition très variable des valeurs.

Conclusions et perspectives

Ce travail met en lumière l'effet de taille important concernant la résistance du LVL de douglas, et donc de l'intérêt à porter sur l'assemblage et le tri des placages lors de la fabrication de LVL. Ce travail pourra être complété par des essais comparatifs avec le Kerto S ©, un LVL de référence sur le marché constitué d'épicéa scandinave. Ensuite, des essais comparatifs entre des poutres constituées uniquement d'aubier ou uniquement de duramen de douglas permettront d'obtenir des informations complémentaires sur leur différence de comportement, qui semble être due aux propriétés intrinsèques en termes de densité et de fissures de déroulage notamment. Enfin, il s'agira de compléter les essais de flexion effectués par une phase expérimentale incluant de la compression transversale et longitudinale et du cisaillement longitudinal. Cela dans le but d'obtenir une cartographie de comportement mécanique la plus complète possible des propriétés du LVL issu de gros bois de douglas.

Références

Commission de l'aménagement du territoire et du développement durable (26 juin 2019) Sécurité des ponts : évitons un drame – Rapport d'information, 148 pages

Collet, Robert, et Louis Denaud. 2018. « Déroulabilité du Douglas ». 3emes assises nationales du douglas. Bordeaux, France.

NF EN 408 (septembre 2012) Structures en bois – Bois de structure et bois lamellé-collé – Détermination de certaines propriétés physiques et mécaniques (Indice de classement : P21-302)

NF EN 14374 (mars 2005) Structures en bois – LVL (Lamibois) – Exigences (Indice de classement : P21-401)

Remerciements

Cette étude est financée par la région Bourgogne Franche-Comté et le projet espagnol COMPOP_Timber project (BIA2017-82650-R). Ces travaux ont été menés à bien grâce à la Plateforme Technique Xylomat subventionnée par l'ANR-10-EQPX-16 XYLOFOREST

B15 : Étude de l'influence des nœuds sur les propriétés mécaniques de poutres de LVL de douglas

FRAYSSINHES Rémy¹, GIRARDON Stéphane¹, DENAUD Louis¹, COLLET Robert¹

¹ LaBoMaP, Arts et Métiers Sciences et Technologies, Rue Porte de Paris, 71250 CLUNY
Remy.Frayssinhes@ensam.eu

Mots clefs : Douglas ; LVL ; Orientation des fibres ; Classement mécanique

Introduction

Cette étude porte sur l'influence des nœuds sur les propriétés mécaniques de poutres de LVL (Laminated Veneer Lumber) de douglas. Le LVL est un produit d'ingénierie composé de placages orientés principalement dans une même direction.

Cette étude entre dans le cadre de travaux de thèse visant à déterminer les propriétés mécaniques des produits d'ingénierie à partir de la connaissance des caractéristiques physiques d'arbres sur pieds ou de scénarii sylvicoles. Pour cela, plusieurs modèles peuvent être ajustés afin d'obtenir les données physiques correspondant à la ressource de douglas. La simulation de déroulage développée par Mothe (2002) permet, en connaissant les caractéristiques et la forme des branches d'un arbre, de déterminer la position et la forme des nœuds sur le ruban de placage. Un modèle (Lukacevic et al., 2019) permet de déterminer la déviation des fibres autour des nœuds. Enfin la modélisation des propriétés mécaniques d'une poutre de LVL, en connaissant l'orientation du fil du bois et la masse volumique, permet d'estimer les caractéristiques mécaniques globales de la poutre (Viguiet et al., 2018).

Deux modèles vont être testés afin d'évaluer l'influence de la taille et du nombre de nœuds sur les propriétés mécaniques de poutres de LVL de douglas. Une fois les modèles validés par des essais expérimentaux, des simulations numériques permettront d'estimer si, dans le cas du déroulage, un placage proche du noyau (beaucoup de petits nœuds) a des propriétés mécaniques meilleures ou détériorées par rapport à un placage proche de la périphérie (moins de nœuds, mais de plus grandes dimensions).

Matériels et méthode

Une campagne expérimentale portant sur un échantillonnage de 175 placages d'aulnaie et de 162 placages de duramen de douglas a été réalisée. L'humidité moyenne des placages est de 10 ± 1 % mesurée par la méthode de la double pesée (EN 13183-1). Les placages ont été massicotés en 150 mm de largeur (perpendiculaire aux fibres) et 740 mm de longueur (parallèle aux fibres). Une cartographie de l'orientation des fibres a été effectuée grâce à une machine développée au LaBoMaP basée sur l'effet trachéide (Daval et al., 2015). La résolution du scanner est de 5 mm suivant la largeur du placage et de 1 mm suivant sa longueur.

Connaissant l'orientation des fibres des placages, il est possible d'estimer les propriétés mécaniques le long du placage grâce aux formules de Hankinson (1921). Afin d'affiner l'estimation des propriétés mécaniques, une pesée a permis de connaître la masse volumique moyenne des placages. Ceux-ci ont été classés en fonction de leur module moyen théorique déterminé par simulation numérique grâce aux formules d'Hankinson et à la densité : du plus faible (8300 MPa) au plus élevé (17451 MPa). Les poutres de LVL ont été composées en positionnant les placages présentant les modules les plus faibles au niveau de la fibre tendue (flexion 4 points) et collées avec une colle vinylique [GLX-4]. Il a été ainsi fabriqué 10 poutres

d'aubier et 11 poutres de duramen. Les poutres ont subi un essai vibratoire (BING) (Brancheriau et Paradis, 2007) puis un essai de rupture suivant la norme NF EN 408 afin de mesurer leurs propriétés mécaniques.

La cartographie des placages permet d'estimer l'influence de la taille des nœuds sur la zone de perturbation des fibres. Pour étudier cette zone d'influence, les nœuds, approximés par une ellipse, sont détectés avec une caméra couleur, d'une résolution 0,5 mm suivant la largeur et 1 mm suivant la longueur (prise simultanément à celle d'orientation des fibres) grâce à la méthode « Canny Edge Detector » de la bibliothèque Open-CV. La zone de nœud est supprimée numériquement de la cartographie d'orientation des fibres. Cette zone est ensuite dilatée de 5 mm par pas successifs afin de connaître l'orientation des fibres située dans cette nouvelle zone ainsi que dans la partie incrémentée (Fig. 1). Les histogrammes des angles de la zone de perturbation et de son incrément ainsi que les densités associées sont déterminés afin d'estimer un ou des indicateurs de la limite de la zone d'influence du nœud.

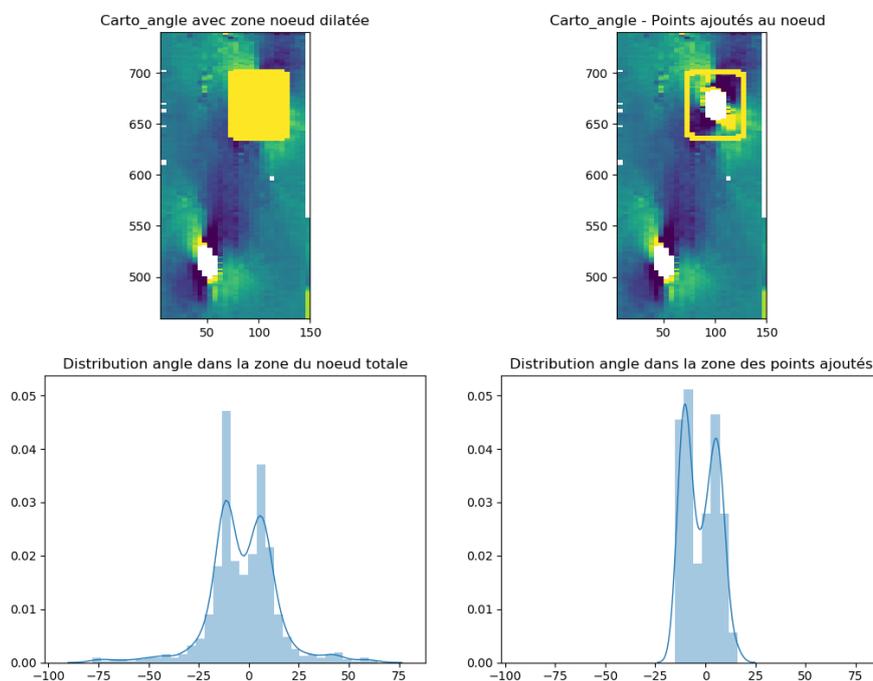


Fig. 1 : Étude de la zone de perturbation des fibres autour d'un nœud

Cette cartographie permettra de valider si le modèle de déviation des fibres autour des nœuds développé par Foley (2001), est transposable au cas du douglas. Son approche est basée sur la mécanique des fluides en considérant un nœud comme un obstacle à l'écoulement d'un fluide. Cet obstacle est dénommé dans ce type de modèle « ovale de Rankine ». Les nœuds ainsi représentés sont considérés comme un puits additionné à une source de débit équivalent, placé à une distance déterminée, afin que le flux principal le contourne en prenant une forme elliptique.

Pour estimer le module d'élasticité d'une poutre, le module local (déterminé précédemment) est moyenné suivant la largeur du placage afin d'obtenir un module fonction de la longueur du placage. La zone sur la figure 2 montre l'influence d'un nœud sur l'orientation des fibres et l'affaiblissement du module d'élasticité associé. Les placages sont ensuite assemblés numériquement et le module efficace de la poutre est calculé. En connaissant le module efficace le long de la poutre, il est possible de simuler un essai de flexion 4 point grâce au principe de Müller-Breslau. Le module global équivalent est déterminé en connaissant l'effort et la flèche de la poutre. L'estimation du module de résistance est réalisée de manière similaire, une

moyenne du module de résistance pondérée par le module d'élasticité est réalisée suivant la largeur, car le module de résistance moyen va avoir une valeur proche du module de résistance de la zone de plus forte raideur. Une simulation d'un essai de flexion 4 points permet alors d'estimer l'effort à rupture.

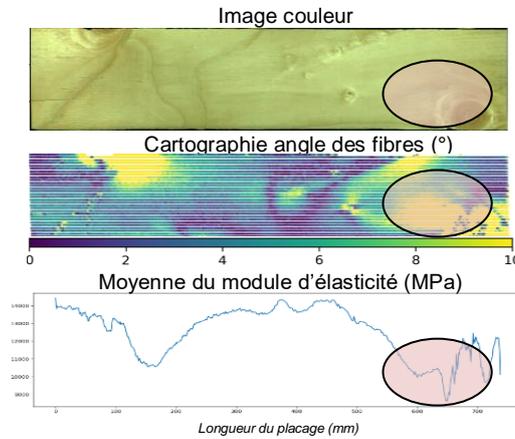


Fig. 2 : Estimation du module d'élasticité suivant la longueur du placage

Résultats et discussion

Le modèle développé de prédiction des propriétés mécaniques a été comparé aux résultats expérimentaux et vibratoires. Les poutres constituées de placages d'aubier sont comparées à celles constituées de placages de duramen (Fig. 3).

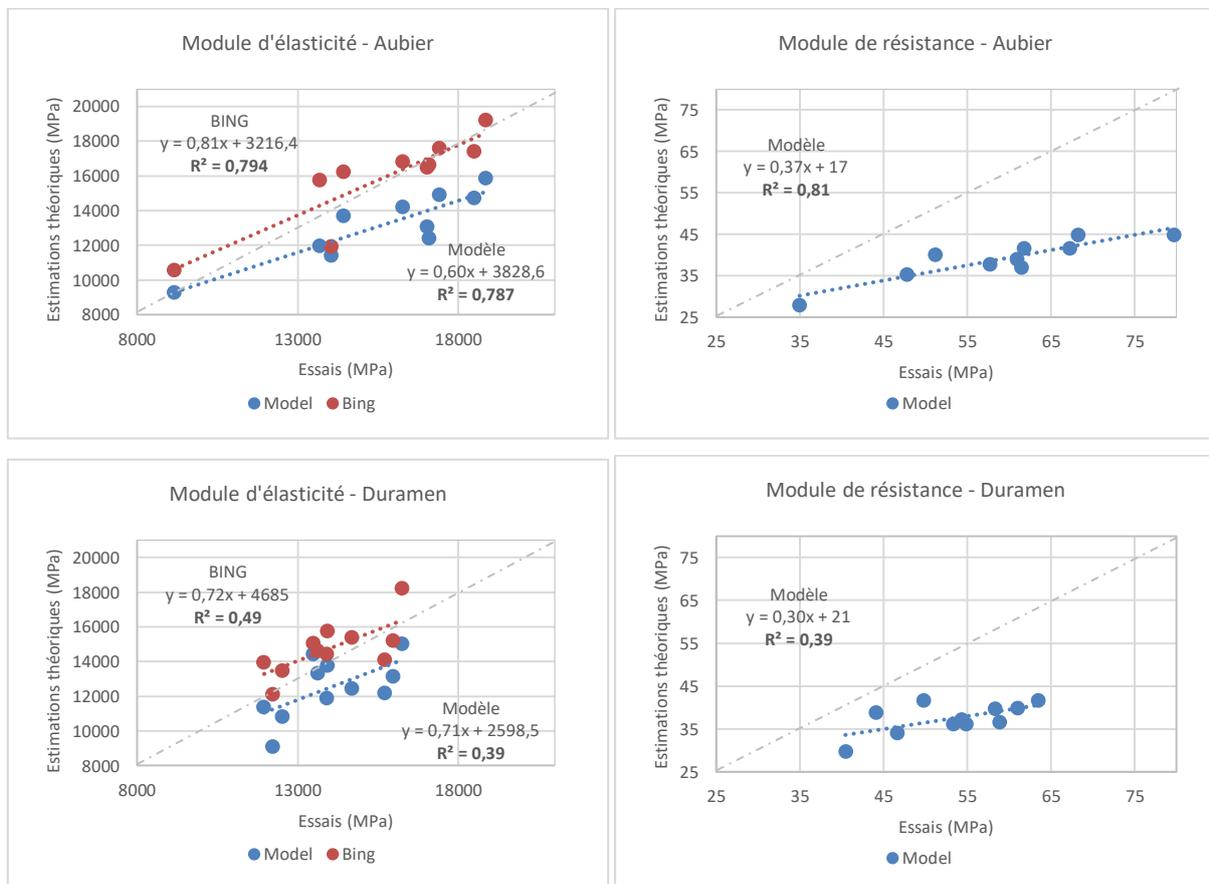


Fig. 3 : Comparaison essais mécaniques, essais vibratoires et modèle mécanique

Dans le cas des poutres d'aubier, le coefficient de détermination entre le modèle et les essais est de 0,787 pour le module d'élasticité et de 0,81 pour le module de résistance. La précision du module d'élasticité prédit par l'essai vibratoire est similaire avec le modèle avec un coefficient de détermination de 0,784.

Dans le cas des poutres de duramen, le coefficient de détermination entre le modèle et les essais est de 0,39 pour le module d'élasticité et de 0,31 pour le module de résistance. Ces faibles valeurs de corrélation peuvent être dues à la non-prise en compte des fissures de déroulage, plus importantes dans le duramen, ainsi qu'à une moins bonne adhésion des placages en raison d'une rugosité plus importante.

Conclusion et perspective

L'étude est en cours afin de déterminer un indicateur fiable précisant la taille de la zone de perturbation des fibres et de valider le modèle basé sur la mécanique des fluides. Le modèle mécanique a besoin d'être ajusté au vu de l'erreur lors de la régression linéaire pour les poutres de duramen.

À partir de la description d'un billon (forme et branchaison), grâce à la détermination de la position des nœuds sur un placage et de l'orientation des fibres autour des nœuds, il sera possible de prédire avec le modèle mécanique les performances de poutres de LVL.

Remerciements

Cette étude a été financée par le Conseil régional et la Direction Régionale de l'Alimentation, de l'Agriculture et de la Forêt de Bourgogne Franche-Comté ainsi que l'Equipex Xyloforest.

Références

- Brancheriau, L., Paradis, S. (2007) Bing 9-Beam Identification by Non-destructive Grading, Montpellier, CIRAD, 2 p.
- Daval, V., Pot, G., Belkacemi, M., Meriaudeau, F., Collet, R. (2015) Automatic measurement of wood fiber orientation and knot detection using an optical system based on heating conduction, *Optics express*, 23, 33529–33539.
- Foley, C. (2001) A three-dimensional paradigm of fiber orientation in timber, *Wood Science and Technology*, 35, 453–465.
- Hankinson R. L. (1921) Investigation of crushing strength of spruce at varying angles of grain, *Air service information circular*, 3, 16.
- Lukacevic, M., Kandler, G., Hu, M., Olsson, A., Füssl, J. (2019) A 3D model for knots and related fiber deviations in sawn timber for prediction of mechanical properties of boards, *Materials & Design*, 166, 107–617.
- Mothe, F., Constant, T., Leban, J.-M. (2002) Simulating veneering and plywood manufacturing of virtual trees described by a growth and wood quality simulation software, *Proceedings of 4th workshop IUFRO S*, Vol. 5, pp. 519-527..
- Viguier, J., Bourgeay, C., Rohumaa, A., Pot, G., Denaud, L. (2018) An innovative method based on grain angle measurement to sort veneer and predict mechanical properties of beech laminated veneer lumber, *Construction and Building Materials*, 181, 146–155.

B16 : Mesure de l'humidité de placages verts de hêtre par laser

PURBA citra¹, JOFFREY Viguier¹, DENAUD Louis¹, MARCON Bertrand¹

¹Arts et Métiers Sciences et Technologies, LaBoMaP, Rue Porte de Paris, 71250 Cluny,
France
citra.purba@ensam.eu

Mots clefs : Laser ; placage vert ; humidité ; ellipse

Contexte et objectifs

Le taux d'humidité est une des caractéristiques les plus importantes du bois qui influence à la fois le processus de fabrication et la qualité du produit. Dans la production de placages, il est important de contrôler le taux d'humidité, du fait qu'un séchage excessif entraîne une consommation d'énergie plus élevée et une qualité de placage inférieure (Hartley 1984). Pourtant, il n'existe à ce jour aucun outil fiable et précis de mesure de l'humidité des placages en temps réel au-delà du point de saturation des fibres. Plusieurs outils industriels sont disponibles pour estimer cette humidité basée sur des technologies résistives, capacitives ou micro-ondes, mais la résolution spatiale de mesure reste de l'ordre de plusieurs dizaines cm² tandis que la mesure s'effectue au mieux à 5% près.

Le bois est un matériau hétérogène et anisotrope. Cela se reflète dans les propriétés du bois et les mécanismes de diffusion de la lumière à l'intérieur du bois. Les études précédentes ont montré que la lumière se diffuse différemment dans le bois humide et le bois sec (Kienle et al. 2008, Simonaho et al. 2003). Sur la base de ces résultats, la technologie laser présente un grand potentiel à exploiter pour la mesure en ligne locale du taux d'humidité dans l'industrie du placage.

Jusqu'à présent, aucune étude n'a été publiée sur la mesure sans contact de taux d'humidité du placage vert à l'aide de laser, qui pourrait permettre de mesurer en temps réel l'humidité du placage et de cartographier le taux d'humidité sur la surface du placage. L'objectif de cette étude était d'étudier la possibilité d'utiliser le profil de diffusion du laser pour mesurer le taux d'humidité de placages verts de hêtre.

Matériel et méthode

Deux billons de hêtre (*Fagus Sylvatica* L.) récoltés en Bourgogne France ont été utilisés. L'épaisseur du placage a été fixée à 1, 2 et 3 mm. Immédiatement après le déroulage, les placages ont été découpés en petites sections de 20 × 300 mm². Ces placages de hêtre ont été scannés et pesés à différentes humidités du bois, de l'état frais jusqu'à l'état quasi anhydre. L'humidité des placages verts a été déterminée à posteriori par la méthode de double pesée.

Les images des ellipses obtenues à la surface des placages ont été analysées avec Python 3.6. Les caractéristiques de l'ellipse ont été calculées en utilisant la fonction fitEllipse de la bibliothèque OpenCV (Bradski 2000). Du fait de la résolution de la mesure (1 mm), environ 250 d'ellipses ont été mesurées pour chaque placage à chaque scan.

Résultats et discussion

Les résultats montrent que le grand axe, le petit axe et l'aire des ellipses relevées sur la surface du placage, augmentent avec le taux d'humidité du placage. Des corrélations significatives ont été obtenues entre ces trois paramètres et le taux d'humidité réel mesuré sur le placage. Par

ailleurs, l'épaisseur du placage a également une influence sur le profil de diffusion laser. L'augmentation de l'épaisseur du placage crée une distance moins importante entre les taches laser et la surface du placage, ce qui conduit à une augmentation de l'aire d'ellipse sur la surface du placage.

L'aire d'ellipse semble être le meilleur paramètre pour la détermination de taux d'humidité des placages verts de hêtre. La figure 1 illustre la distribution et la variation de l'aire d'ellipse sur toute la longueur du placage et montre qu'à différents taux d'humidité, l'aire de l'ellipse diminue avec la perte de taux d'humidité ou pendant le séchage du placage.

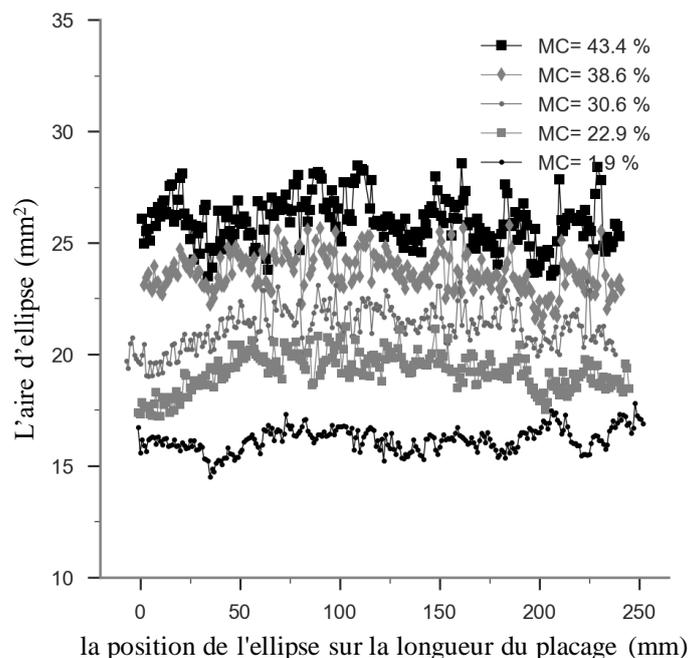


Fig 1. Exemple de distribution de l'aire de l'ellipse à différents taux d'humidité sur toute la longueur d'un placage de hêtre de 1 mm d'épaisseur

Conclusion et perspectives

Au cours de cette étude, le taux d'humidité à l'aide du profil de diffusion laser a été évalué. Les résultats montrent que le profil de diffusion laser peut servir à mesurer le taux d'humidité du placage vert de hêtre. L'aire d'ellipse est le meilleur paramètre pour déterminer le taux d'humidité du placage vert de hêtre. L'augmentation de l'épaisseur du placage fait grossir l'aire d'ellipse mesurée sur la surface du placage. Des études supplémentaires devraient être réalisées afin d'établir la viabilité de la mesure de taux d'humidité en temps réel par la méthode laser dans un processus de déroulage et d'étudier précisément l'influence de la densité sur la mesure de taux d'humidité en utilisant cette méthode.

Remerciements

La réalisation de cette étude a été rendue possible grâce au partenariat mis en place par BOPLI : un laboratoire mixte public-privé construit entre Bourgogne Franche-Comté, LaBoMaP, et la société BRUGÈRE. Les auteurs remercient également la plate-forme technique Xylomat du réseau scientifique Xylomat financé par ANR-10-EQPX-16 XYLOFOREST qui largement été utilisée pour réaliser cette étude. Enfin, cette étude a été possible grâce au soutien financier de la société Fernand BRUGERE et de l'Institut Carnot Arts.

Références

Bradski G. (2000) The opencv library. Dr Dobb's J. Software Tools 25, 120–125.

Hartley J. (1984) The Drying of Hardwood Veneers in New South Wales. N.S.W. Timber Advisory Council, Sydney, Australia.

Kienle A., D'Andrea C., Foschum F., Taroni P., Pifferi A. (2008) Light propagation in dry and wet softwood. Optics express 16, 9895–9906.

Simonaho S.P., Tolonen Y., Rouvinen J., Silvennoinen R. (2003) Laser light scattering from wood samples soaked in water or in benzyl benzoate. Optik 114, 445–448.

B17 : Laboratoire mixte BOurgogne PLacage Innovation (BOPLI) : Étude de l'anatomie des cernes blancs du hêtre

RABBE Sébastien¹, DENAUD Louis¹, VIGUIER Joffrey¹, MARCON Bertrand¹,
MARCHAL Rémy¹, MAIGRAT Lucas²

¹LaBoMaP, Groupe Matériaux et Usinage Bois, Arts & Métiers ParisTech, rue Porte de Paris,
F-71250 Cluny, France

²Etablissements Fernand Brugère, avenue du président Coty

21400 Chatillon-sur-Seine, France

sebastien.rabbe@gmail.com

Mots Clés : Cerne blanc ; bois de tension ; hêtre

Contexte et objectifs :

Cette étude est réalisée dans le cadre du laboratoire mixte public/privé BOurgogne PLacage Innovation (BOPLI) qui rassemble quatre partenaires : la région Bourgogne Franche-Comté, la société Brugère, l'École Nationale Supérieure d'Arts et Métiers (ENSAM) de Cluny et AMVALOR, filiale de valorisation de la recherche de l'ENSAM. La société Brugère, et le LaBoMaP collaborent autour du déroulage, de la fabrication de placages par déroulage de grumes et de panneaux à base de bois de hêtre. Deux axes de travail principaux ont été dégagés:

1. L'amélioration de la qualité des placages et la maîtrise du processus de première transformation du hêtre
2. La maîtrise du procédé de seconde transformation (fabrication de panneaux contreplaqués) et l'innovation produits

Les travaux effectués sur le premier axe portent notamment sur la variabilité des hêtres utilisés pour la fabrication de placages. Les différences entre les lieux d'approvisionnement ainsi que les différences anatomiques sont les deux principaux sujets d'investigation. Les premiers essais tendent à établir un lien fort entre l'arbre et les défauts finaux des placages. Une meilleure compréhension de la variabilité de la ressource permettrait à l'entreprise ; d'une part de mieux choisir les lieux d'approvisionnement et d'autre part de corriger les paramètres du procédé (étuvage, déroulage, séchage, conditionnement) en fonction des spécificités des grumes.

Les observations des opérateurs mettent en cause le « bois blanc » ou « les cernes blancs » qui sont visibles sur les tranches des billons ou sur les placages comme source d'ondulation probable suite au séchage des placages. Ce phénomène, qualifié de récent par des forestiers, semble apparaître de plus en plus sur les bois de hêtre. Plusieurs cernes successifs deviennent blancs, généralement autour du cœur, une photo de ces cernes est présentée sur la Fig. 1. Le ou les cernes affectés peuvent l'être en partie (forme d'un croissant) ou en totalité.

D'après les opérateurs de l'entreprise, les placages issus des billons qui présentent ce type d'anomalies auraient tendance à se déformer très fortement lors du séchage. Ces déformations en forme de selle de cheval accompagnées de fortes ondulations sur les bords du placage sont caractéristiques du retrait-gonflement observés lors de la présence de bois de tension (Clair

2001). Les dérouleurs qualifient également ce bois de « sec à cœur » ce qui mériterait d'être étudié en détail. L'objectif de l'étude est de valider ou non le lien qui existerait entre les cernes blancs et l'ondulation des placages.



Fig. 8 : Cerne blancs sur un hêtre après étuvage



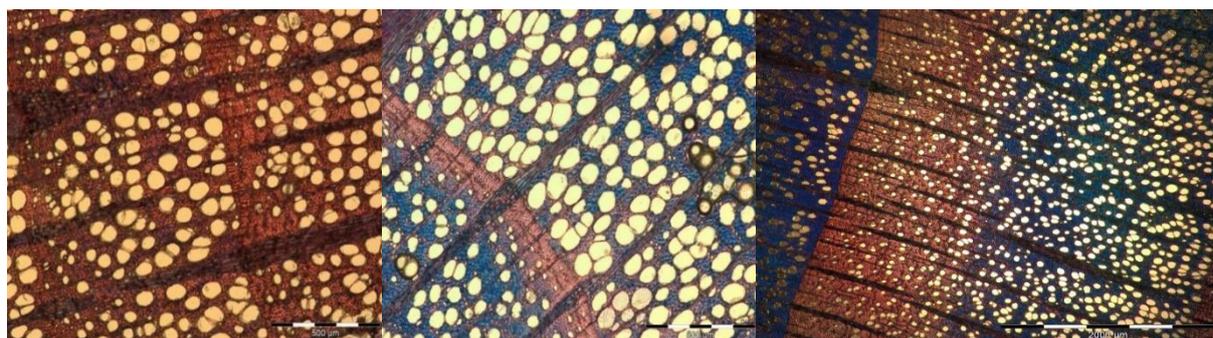
Fig. 9 : Défaut typique des placages rejetés du fait de leur ondulation

Au-delà de l'intérêt scientifique de la compréhension de la nature et de l'origine de ces cernes blancs, l'identification de ces zones et de la répartition du bois de tension présente un intérêt économique certain pour Brugère pour améliorer la valorisation économique de sa production. Typiquement le placage en Fig. 2 présente une très forte ondulation sur les bords du placage. Il ne peut être vendu et sera destiné au broyage.

Matériels et méthodes

Une première investigation concernant la composition intrinsèque des « cernes blancs » a été réalisée avec le soutien de M. Arnaud BESSERER du LERMAB à l'ENSTIB d'Epinal. L'observation repose sur la différence de composition du bois de tension et du bois normal (Clair 2009). Pour cela, on observe au microscope optique trois coupes réalisées au microtome. Elles sont colorées successivement par de la safranine (colore la lignine en rouge) et du bleu Astra (colore la cellulose en bleu). Ghislain (2017) démontre l'efficacité de cette méthode. La microtomie de la Fig. 3a est issue d'un bois normal. La deuxième en Fig. 3b provient d'un bois de tension. Ces deux échantillons servent à valider le protocole de coloration. Ils seront ensuite comparés au troisième échantillon provenant d'un cerne blanc présenté en Fig. 3c.

Résultats et discussions



(a)

(b)

(c)

Fig. 10 : Colorations à la safranine et au bleu Astra de microtomies de bois de hêtre dans : (a) du bois normal, (b) du bois de tension et (c) du bois ponctionné dans un cerne blanc

En premier lieu le protocole de coloration est valide. Le bois de tension presque entièrement délignifié est bleu (Fig. 3b) et le bois normal lignifié est rouge (Fig. 3a). Que ce soit pour le bois de tension ou le cerne blanc (Fig. 3b et c), la fin du cerne dans le bois d'été est lignifiée. Bien que la lignification du bois d'été ne trouve pas encore d'explication, sa présence se vérifie régulièrement, le plus souvent de l'ordre de 5 à 6 cellules (Jourez 1997). Le schéma de lignification du cerne blanc (Fig. 3c) présente la même structure que pour du bois de tension. L'unique différence visible via cette approche réside dans la proportion de bois lignifié à la fin du cerne, bien au-delà des 5 à 6 cellules observées habituellement dans le bois de tension [4].

Cette première observation laisse penser que l'arbre pourrait produire un bois similaire à du bois de tension tout autour de son tronc. La faible quantité d'échantillons ne permet de conclure de façon certaine sur la constitution du cerne blanc. Ainsi, une étude complémentaire réalisée à partir d'un échantillonnage représentatif est planifiée afin de valider cette hypothèse. Cinq rondelles de hêtre présentant des traces de cernes blancs et cinq rondelles issues de bois normal seront sélectionnées dans le parc à grume de la société Brugère. Pour chaque rondelle, 3 échantillons de bois sains ainsi que 3 échantillons de bois issus des cernes blancs pour celles en présentant seront prélevés.

Tab. 1 Echantillonnage de l'étude

Provenance de la tranche	Quantité	Zone de prélèvement des échantillons	Quantité	Total d'échantillons
Bois normal	5	Même cernes distant de 120°	3	15 échantillons
Bois avec présence de cerne blanc	5	Même cernes blancs distant de 120°	3	15 échantillons
		Même cernes issus de bois sains distant de 120°	3	15 échantillons

Ces 45 échantillons seront utilisés pour réaliser des observations correspondantes au protocole décrit précédemment qui sera accompagné de mesures de retrait-gonflement (responsable de l'ondulation de séchage) et d'humidité interne. Ces observations sont programmées entre mi-octobre et mi-novembre pour permettre de présenter les résultats lors des journées annuelle du GDR.

Ce protocole plus représentatif mais certainement encore insuffisant devrait permettre de mieux connaître ces zones blanches et de traiter les billons ou les placages concernés en conséquence.

Remerciements

Ces travaux ont été menés à bien grâce à la Plateforme Technique Xylomat subventionnée par l'ANR-10-EQPX-16 XYLOFOREST et dans le cadre du Laboratoire Mixte Public/Privé BOPLI, dispositif proposé et cofinancé par le Conseil Régionale de Bourgogne Franche Comté

Références

Clair B. (2001), « Etude des propriétés mécaniques et du retrait au séchage du bois à l'échelle de la paroi cellulaire : essai de compréhension du comportement macroscopique paradoxal du bois de tension à couche gélatineuse », PhD Thesis.

Clair B. (2009), « Enquête sur le comportement paradoxal du bois de tension », Rapport HDR, Université Montpellier II-Sciences et Techniques du Languedoc.

Ghislain B. (2017), « Diversité anatomique et efficacité du bois de tension des arbres de forêt tropicale humide », PhD Thesis.

Jourez B. (1997), « Le bois de tension. 1 Définition et distribution dans l'arbre. », Biotechnol. Agron. Soc. Environ., vol. 1, n° 2, p. 100–112.

B18 : Élaboration et Expérimentation d'un Espace de Conception Innovante pour les Industries de la Filière Bois

BLANCHARD Philippe¹

¹École Supérieure du Bois, LIMBHA, Nantes, France
philippe.blanchard@esb-campus.fr

Mots clefs : espace créatif ; conception innovante ; processus de conception ; filière bois

Contexte et objectifs

L'un des rôles de l'École Supérieure du Bois est de faciliter l'innovation dans les entreprises de la filière bois. Elle s'y emploie en engageant des démarches créatives tant auprès des étudiants que des industriels. L'innovation se situe au-delà du banal et du traditionnel pour rejoindre les territoires de l'inconcevable et du renouveau (Blanchard, 2017). La salle de classe traditionnelle, son cadre, sa disposition et ses possibilités d'activités sont mal adaptés à ce besoin créatif. Pour favoriser un travail de groupe et un état d'esprit propices aux émergences, fulgurances, irrationnelles et fugaces, il faut disposer d'une "bulle de création" qui soit une "anti-salle de classe".

Les objectifs attendus sont d'imaginer puis de tester l'efficacité de ce nouvel espace créatif.

Modélisation

La première action entreprise a été de rechercher les facteurs favorisant la pensée créative. Hillen (2016) consacre un ouvrage au déploiement du *design thinking* comme support de créativité. Elle l'intitule *People, Place, Process* pour insister sur la conjonction des 3 items comme substrat à la démarche créative. *Place* y représente la nécessité de disposer d'un lieu spécifique. Elle a ensuite identifié les différentes zones utiles à cet espace (Hillen, 2017). D'autres auteurs ont alimenté cette segmentation (Kelley, 2001), (Brown, 2008).

Nous avons choisi de simplifier les 9 espaces initiaux pour nous concentrer sur ceux repérés dans le schéma ci-après (fig. 1).

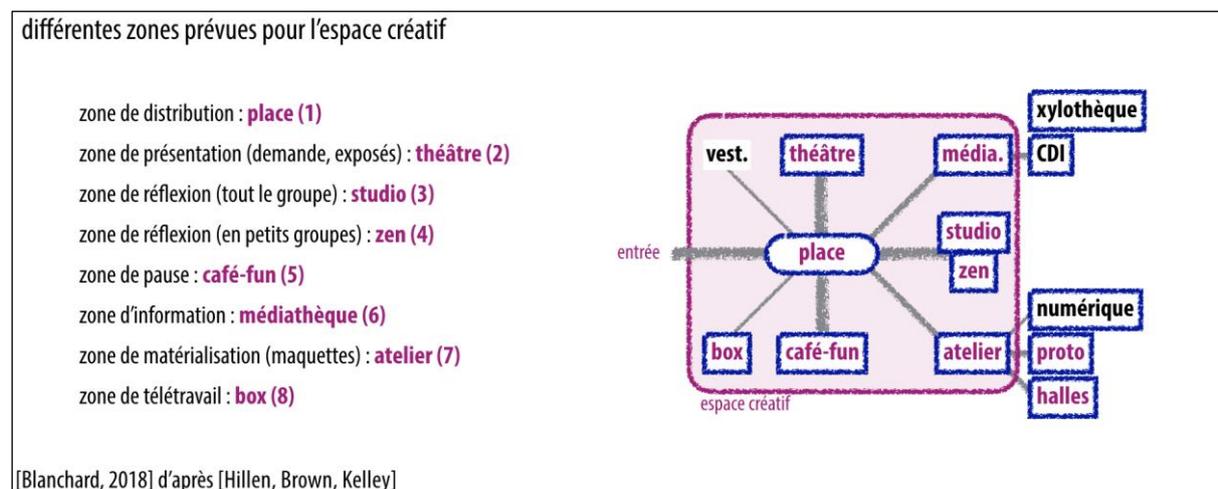


Fig. 1 : Identification des différentes zones prévues pour l'espace créatif (Blanchard, 2018).

Ces 7 zones (place, théâtre, studio, zen, café-fun, médiathèque et atelier) sont complétées par une autre (box) qui est spécifique aux actions faisant intervenir un industriel. Ce dernier manifeste souvent le besoin de se réunir, en visio-conférence, avec son site industriel.

Matériel et Méthode

Les designers Barreau-Charbonnet et l'architecte Alter Smith ont imaginé une répartition de ces zones comme illustré ci-dessous (fig. 2).

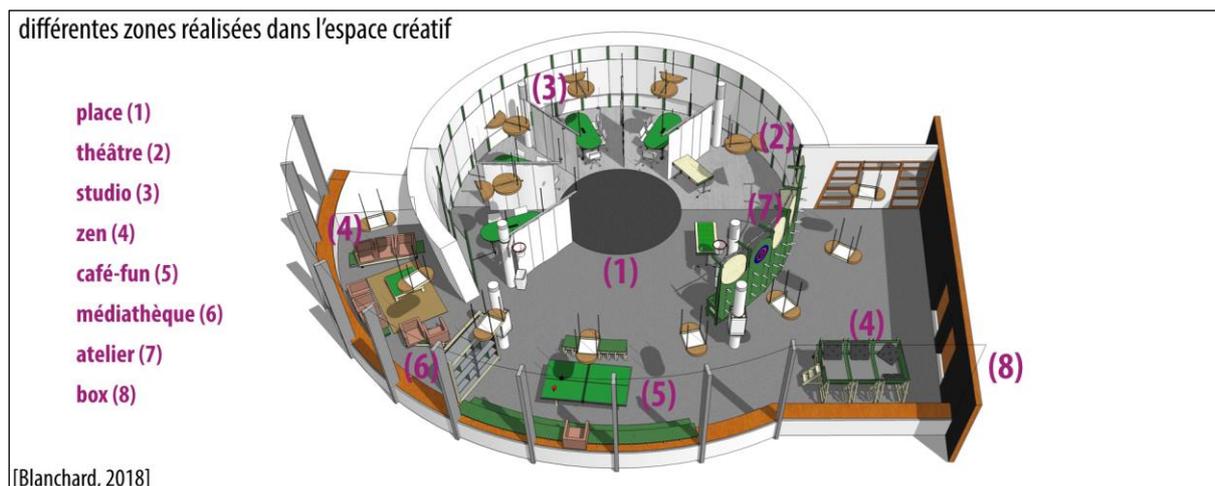


Fig. 2 : Définition des différentes zones prévues pour l'espace créatif (Blanchard, 2018).

L'aménagement s'est réalisé selon le projet et l'espace a été inauguré en mai 2019. Pour mesurer l'impact de cet espace dédié sur la facilitation à la créativité, la comparaison entre 2 opérations similaires (avant et après la livraison de l'espace créatif) est conduite.

Le WIT (Wood It Together) est un programme d'innovation de 4 jours réalisé à l'initiative d'un industriel (Blanchard, Cheour-Eon, 2018). Nous choisissons le WIT 1 (réalisé avec le Groupe ISB du 19 au 22 février 2018) et le WIT 3 (réalisé avec Simpson Strong-Tie du 4 au 7 juin 2019). Les chiffres caractéristiques sont regroupés dans le tableau ci-dessous (Tab. 1).

Tab. 1 : Comparatif entre l'objectif initial et les résultats obtenus

WIT	personnes	équipes	phares	pistes envisagées	prototypes
objectif	20	4	12	36	4
WIT 1	20	4 regroupées en 1	16	56	12
WIT 3	16	3	19	57	12

Résultats et Discussion

Le nombre de participants au WIT 3 est sensiblement inférieur à celui du modèle initial. Ce qui n'impacte pas du tout le nombre de "phares" (définition d'objectifs à atteindre). Le nombre de concepts associés (pistes envisagées) est, lui aussi, très satisfaisant. Quant à la réalisation de prototypes, le WIT 3 demandait l'usage d'un autre matériau que le bois ce qui n'a, malgré tout, pas dégradé leur nombre final.

L'outil "espace créatif" s'est avéré très convivial et a parfaitement rempli son rôle de facilitateur de créativité auprès d'un public industriel.

Conclusion et Perspectives

L'importance d'un espace dédié à l'innovation et permettant les différentes activités traduites dans les 7 zones identifiées (Fig. 1) est démontré. Cependant, un pointage régulier des

dysfonctionnements constatés à chaque usage de cet espace créatif est effectué pour le maintenir une démarche d'amélioration continue.

Cet espace est aussi un remarquable outil d'expérimentation de pratiques heuristiques nouvelles pour chercher à approfondir la connaissance et la pratique de l'innovation.

Références

Blanchard, Ph. et al. (2017) Modelling Industrial Design Contribution to Innovative Product or Service Design Process in a Highly Constrained Environment, in TRIZ – The Theory of Inventive Problem Solving, Springer, 63-83.

Blanchard, Ph., Cheour-Eon, M, (2018) Conception et Expérimentation d'un Programme d'Innovation Collaborative pour les Industries de la Filière Bois, GDR Sciences du Bois, Cluny.

Brown, T. (2008) Design Thinking, Harvard Business Review, June 2008, 84-92.

Hillen, V. (2017) 101 repères pour innover, d.school Paris, CC

Hillen, V. (2016) People Place Process, a self reflection tool to become a professional in design thinking, based on Pedagogical Action Research, Eindhoven University of Technology Library

Kelley, T., Litmann, J. (2001) The Art of Innovation: Lessons in Creativity from IDEO, America's leading Design Firm, New York, Currency Books.

B19 : Mesure du fluage en cisaillement roulant dans la flèche des panneaux CLT

ALLEMAND Charlotte^{1,2}, LEBEE Arthur¹, PINOTEAU Nicolas², FORÊT Gilles¹

¹ Laboratoire Navier, UMR 8205, Ecole des Ponts, IFSTTAR, CNRS, Université Paris Est, Champs-sur-Marne, France

² Centre Scientifique et Technique du Bâtiment (CSTB), Université Paris Est – Marne la Vallée, France

charlotte.allemand@cstb.fr

Mots clefs : Fluage ; Bois Lamellé Croisé ; Cisaillement Roulant

Contexte et objectifs

En 2024 le village olympique et paralympique sera en bois. Ce matériau sera imposé pour toutes les constructions de moins de 28 mètres et préconisé au-delà de cette hauteur. Les murs et les planchers seront conçus avec des panneaux de bois lamellé croisé (cross laminated timber, CLT). Il s'agit de panneaux composés de lames de bois croisées perpendiculairement. Ce projet reflète l'essor que connaît le bois, notamment le CLT, dans la construction ces dernières années.

Le croisement des couches augmente la rigidité et la stabilité dimensionnelle du produit ce qui permet aux ingénieurs de construire des structures de plus en plus hautes ce qui pose des questions structurelles. En effet, le bois est beaucoup moins rigide que les matériaux habituellement utilisés dans la construction ; l'acier et le béton. Les panneaux de CLT sont également plus propices au fluage que les autres produits du bois, comme le bois lamellé-collé. L'utilisation du bois pour la construction de grands édifices étant assez récente, l'évolution de son comportement dans le temps a été encore peu étudié et les codes de calcul proposent peu de recommandations pour le dimensionnement des CLT. Ainsi le calcul de la flèche, qui est un critère de dimensionnement de structure, ne prend en compte ces phénomènes que de manière implicite dans des coefficients forfaitaires.

Il y a donc un besoin important de recommandations sur le dimensionnement de ces panneaux. Dans le domaine de la recherche, le Laboratoire Navier effectue depuis quelques années des études sur le bois lamellé croisé. Le comportement en flexion de planchers de CLT ainsi que sa résistance au feu ont été étudiés par Franzoni et al. (2017b). Perret et al. (2016a) a étudié la résistance au flambement des panneaux CLT.

L'ensemble de ces travaux révèle que le dimensionnement des panneaux de CLT est sensible à la raideur et à la résistance en cisaillement roulant à court et à long terme. La faible rigidité du bois va provoquer l'apparition de déformations qu'il faut intégrer dans le calcul des structures. D'autre part le croisement des couches va rendre les panneaux de CLT plus propices au fluage il faut donc prendre en compte ce phénomène dans les calculs de dimensionnement. De nouvelles recommandations sont en cours de discussion concernant le comportement à court terme du cisaillement roulant, mais il n'y a pas assez d'études portant sur son comportement à long terme.

L'Eurocode, en particulier, ne prend pas en compte l'hétérogénéité des panneaux de CLT puisque la valeur de k_{def} est identique quelle que soit la direction considérée. De nouvelles

recommandations sont en cours de discussion, cependant, il est nécessaire d'avoir une connaissance plus précise du comportement à long terme des effets dus au cisaillement roulant.

Matériel et méthodes

La méthodologie présentée permettant de déterminer la résistance au cisaillement roulant de panneaux de CLT a été développée par Perret et al (2018) pour des essais à court terme. Elle a été améliorée afin de réaliser des essais de fluage de plus de 8 mois dans un environnement contrôlé.

Des essais de flexion 4-points sont réalisés sur des poutres sandwich. L'âme de la poutre est constituée de plusieurs planches de bois et les couches supérieures et inférieures sont en tôle d'acier. Les tôles d'acier contribuent alors au comportement en flexion de la poutre sandwich et l'âme de la poutre contribue seule au comportement de cisaillement roulant. La couche centrale étant elle-même composée de plusieurs planches (alignées longitudinalement) cela permet d'être représentatif de la variabilité présente dans un CLT. Des capteurs de déplacement permettent de mesurer l'évolution de la flèche ainsi que les rotations aux points *B* et *C* comme indiqué sur la Fig. 1. Il est alors possible de calculer le module de cisaillement roulant à chaque instant. Les essais sont réalisés sur des poutres sandwich de 800 mm de longueur et une section de 40 mm sur 30 mm.

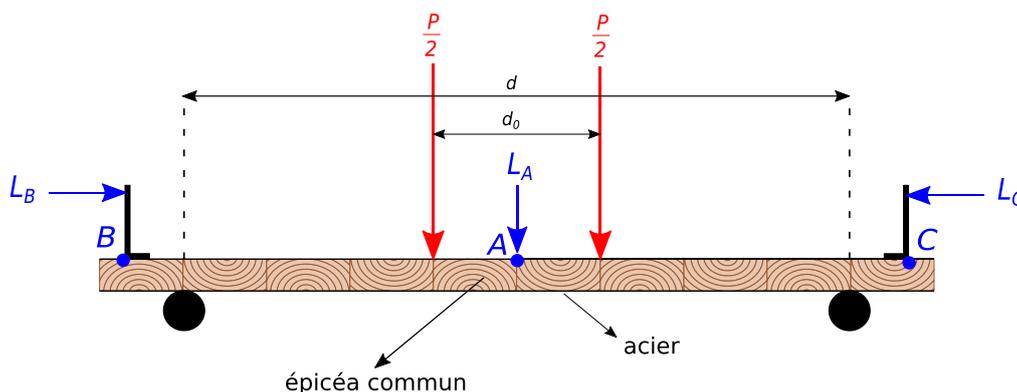


Fig. 1 : Essai de flexion 4-points sur une poutre sandwich

Conclusion et perspectives

Les essais viennent d'être lancés, les premiers résultats seront présentés pendant le GDR 2019.

Références

Franzoni, L., A. Lebé, F. Lyon, and G. Forêt 2017b. Elastic behavior of Cross Laminated Timber and timber panels with regular gaps : Thick-plate modeling and experimental validation. *Engineering Structures*, 141 :402–416.

Perret, O., A. Lebé, C. Douthe, and K. Sab 2016a. The Bending–Gradient theory for the linear buckling of thick plates : Application to Cross Laminated Timber panels. *International Journal of Solids and Structures*, 87 :139–152.

B20 : Les architectes et la place de la conception architecturale dans la structuration de la filière bois-construction en France

LAMOUREUX Margotte¹

¹Laboratoire Espaces Travail, École Nationale Supérieure d'Architecture de Paris La Villette,
LAVUE UMR 7218 CNRS
margottelamouroux@gmail.com

Mots clés : architectes ; conception architecturale ; filière bois-construction ; structuration de filière ; appels à projets ; jeux d'acteurs ; collaborations ; immeubles de grande hauteur en bois

Contexte et objectifs

Bénéficiant du contexte de transition écologique, le développement de la filière bois, filière industrielle organisée autour d'une ressource naturelle et renouvelable, a fait l'objet ces dernières années d'une phase d'accélération notable. Créé en 2014 par le Conseil National de l'Industrie, le Comité Stratégique de Filière (CSF Bois), a souhaité rattraper, comme en témoignent le Plan Industrie du Bois et les derniers Plan Bois Construction, le retard de la filière en termes de construction¹. Ainsi ce secteur se présente comme l'une des cibles prioritaires de la structuration de la filière², pour lesquelles cette dernière déploie des ambitions politiques, sociales et économiques à travers les organisations d'acteurs qui modèlent la production de la ville. Là où il fédérait quelques architectes, bureaux d'études techniques et petites et moyennes entreprises spécifiques il y a encore une quinzaine d'années, le matériau bois interpénètre désormais le champ de la construction à une plus grande échelle. Maîtres d'ouvrage publics d'Opérations d'Intérêt National ou de métropoles, promoteurs spécialisés, branches dédiées au sein de grands groupes immobiliers ou de majors du BTP, agences d'architecture ou bureaux d'ingénieurs à fort chiffre d'affaires s'en emparent désormais, en communiquant abondamment sur le sujet. Le recours aux systèmes constructifs industriels et aux procédures de marchés en conception-réalisation, qui inverseraient les préséances entre entreprises et architectes vis-à-vis du maître d'ouvrage, sont largement encouragés dans la majorité des initiatives portées par les organismes de la construction bois et soutenues par les pouvoirs publics³. Ces récentes évolutions, qui semblent propices à une transformation des pratiques professionnelles, nous ont conduites à interroger la place donnée aux architectes et à la conception architecturale dans la structuration de la filière bois-construction, à la fois dans les politiques institutionnelles mises en place et dans les situations de projet qu'elles engendrent.

Auparavant portés par le Comité National pour le Développement du Bois CNDB⁴, c'est désormais la récente Association pour le Développement des Immeubles à Vivre bois

¹ Voir le Contrat stratégique de filière bois 2014/2018, signé le 16 décembre 2014 par les Ministres de l'Écologie, du Développement Durable et de l'Énergie ; de l'Agriculture, de l'Agroalimentaire et de la Forêt ; de l'Économie, de l'Industrie et du Numérique ; du Logement, de l'Égalité des Territoires et de la Ruralité, p.9.

² Le bois construction a en effet été identifié par la filière comme le principal marché à court terme offrant un potentiel important de développement, *ibid*, p.10.

³ Voir les articles 65, 67 et 69 de la loi n°2018-1021 du 23 novembre 2018 portant sur l'Évolution du Logement, de l'Aménagement et du Numérique (loi ELAN).

⁴ Voir Sergent, A. *La politique forestière en mutation : une sociologie politique du rapport secteur- territoire*, thèse de doctorat en Science politique sous la dir. d'A. Smith, Sciences Po Bordeaux, 2013, p.342.

ADIVbois qui se charge de promouvoir les projets de la filière relatifs à la construction. Dès sa création en 2014, l'organisme s'est en effet attelé à la mise en place du lancement de la consultation pour les « immeubles grande hauteur à vivre bois démonstrateurs » et gère également depuis la cellule France Bois 2024, chargée d'inscrire la filière dans l'aménagement des Jeux Olympiques et Paralympiques de Paris. Cherchant à comprendre les moyens, les capacités, les limites ou encore les difficultés qu'a aujourd'hui le champ de l'architecture à se positionner dans celui de la construction, nous avons ainsi exploré le terrain du concours pour les « immeubles à vivre bois de grande hauteur démonstrateurs », qui invitait à construire des bâtiments de 9 niveaux et plus dans des métropoles françaises. De la mise en place de la consultation en conception-réalisation jusqu'aux choix des projets lauréats en passant par la définition du cahier des charges, l'ADIVbois s'est entourée de l'aide du Plan Urbanisme Construction Aménagement (PUCA). Cette collaboration nous a ainsi donné l'opportunité de confronter les points de vue de ces institutions issues de deux systèmes différents, l'un de l'architecture et de ville, l'autre de la filière bois.

Matériel et méthode

Cette recherche a emprunté au Laboratoire Espaces Travail de l'ENSA Paris La Villette les outils d'enquête de la sociologie des professions, et plus particulièrement celle bâtie autour des architectes et autres concepteurs. À partir d'entretiens semi-directifs réalisés avec des représentants d'institutions, des membres des commissions de travail d'ADIVbois, des aménageurs, des maîtres d'ouvrage ou encore des concepteurs des équipes lauréates (architectes et ingénieurs), nous avons récolté des sources primaires qualitatives. Ces dernières ont été croisées avec des analyses quantitatives issues d'un corpus fourni par l'ADIVbois à l'occasion d'une convention⁵, qui nous a permis d'explorer les dossiers déposés par l'intégralité des équipes ayant répondu à la consultation.

Premiers résultats et perspectives

Première étape vers un projet de thèse, ce mémoire de post-master « Recherche en architecture » a préfiguré une réflexion sur la conception architecturale en bois en tentant de comprendre son écosystème d'acteurs et ses procédures, afin d'analyser le positionnement des architectes dans l'évolution du secteur de la construction et de son économie. Ainsi nous avons pu faire apparaître des tensions entre architecture et technique, architecture et mise en œuvre ou encore architecture et industrie, dues à certaines contradictions entre les objectifs de chaque acteur poursuivis au sein de la filière. Nous avons également observé la montée en puissance des maîtres d'ouvrage, désormais principaux prescripteurs du matériau, les différents positionnements vis-à-vis de l'industrialisation ainsi que la menace des contrats de conception-réalisation envers la marge de manœuvre des bureaux d'études spécialisés dans la construction bois.

Références

Développement de l'usage du bois dans la construction, CSTB, FCBA, Ministère de l'Écologie, de l'Énergie, du Développement Durable et de la Mer, 2018.

Berthier, S. (2017), Création architecturale et industrialisation de la filière bois : l'architecture comme milieu d'expérimentation des innovations techniques, dir. Terrin, J.-J., thèse de doctorat en Aménagement, Architecture, Paris Saclay, 457p.

⁵ Convention tripartite entre l'ADIVbois, le Laboratoire Espaces Travail et l'étudiante Margotte Lamouroux.

Coste, A. (2010), De la région du Vorarlberg au Parc Naturel Régional de Chartreuse : mutation des pratiques et reconfiguration des acteurs autour de la filière bois, in Carvais, R. et al, Édifices & artifices, histoires constructives, Paris, Picard, pp.485-491

Green, M., Karsch, E. (2012), The case for tall wood building, How mass timber offers a safe, economical and environmentally friendly alternative for all building structures, British Columbia, 240p.

Jaeger, J.-M., Bertin, I., Cornudella, J., Le Roy, R. (2017), Quand les immeubles de grande hauteur sont en bois, colloque de l'association française de Génie Civil, GC'2017, mars, n°4, vol 69., 9p.

Lamouroux, M. (2019), Les architectes et la place de la conception architecturale dans la structuration de la filière bois-construction, mémoire de post-master « Recherche en architecture », Laboratoire Espaces Travail, UMR Lavue, ENSA Paris- La Villette, 142p.

Session poster C – Mardi 19 Novembre

C01 : Efficacité de trois fractions de résine d'*Aucoumea Klaineana* Pierre du Gabon associées au Tébuconazole sur la préservation du bois

BEDOUNGUINDZI Walter Fiacre¹, CANDELIER Kévin^{2,3}, EDOU ENGONGA Prosper⁴, DUMARCAY Stéphane¹, THEVENON Marie-France^{2,3}, GERARDIN Philippe¹

¹ LERMAB : Faculté des Sciences et Technologies – Université de Lorraine
54506 Vandœuvre-lès-Nancy, France

² CIRAD, UPR BioWooEB, F-34398 Montpellier, France

³ BioWooEB, Univ. Montpellier, CIRAD, Montpellier, France

⁴ LAPLUS, Laboratoire Pluridisciplinaire des Sciences de l'Ecole Normale Supérieure de Libreville BP 17009 Libreville, Gabon

walterbdou@yahoo.fr

Mots clefs : Résines ; huiles essentielles ; *Aucoumea klaineana* Pierre ; *Réticulitermes flavipes* ; *Coniophora puteana* ; *Trametes versicolor*

Contexte et objectifs

Les dégâts causés dans le monde aux structures bois et autres matériaux ligno-cellulosiques par les termites et les champignons, sont estimés à plusieurs milliards de dollars par an. Par le passé, des systèmes de protection du bois impliquant généralement une imprégnation de composés biocides actifs dans le bois étaient utilisés (créosote, lindane, CCA). Principalement à cause de la toxicité de ces composés envers l'Homme et l'environnement, l'utilisation de ces produits a été largement limitée en Europe, jusqu'à être interdite même dans certains pays (depuis 2012, en France).

Les défis actuels consistent à trouver de nouveaux traitements en substituant ces composés chimiques d'origine fossile par des produits naturels, renouvelables et biodégradables ayant moins d'impact sur l'environnement et la santé humaine.

De récents travaux ont montré que le traitement par imprégnation de résines naturelles issues de bois de la famille des *Burseraceae*, peut être envisagé comme solution alternative dans la protection des bois naturellement peu durable. Cependant, les caractères volatiles et/ou lessivable de ces huiles sont des freins à ce type de traitement et ne permettent donc pas d'obtenir des produits résistant à long terme et pour des applications extérieures. Le fait d'associer ces huiles essentielles à un biocide industriel en très faible concentration permettrait de pallier ce problème.

L'objectif de ce travail consiste donc à évaluer l'efficacité de trois fractions de résines d'*Aucoumea Klaineana* (résine brute, huile essentielle, résine purifiée), associées au tébuconazole, vis-à-vis des attaques de basidiomycètes et de termites. L'huile essentielle est obtenue par un procédé de distillation à la vapeur (Clevenger), à partir de la résine brute d'*A. klaineana* Pierre provenant du Gabon.

Matériels et méthodes

- ✓ Traitement des bois par imprégnation

Le protocole d'imprégnation des éprouvettes a été adapté des directives de la norme EN 117 (2013), avec des ajustements concernant la taille des échantillons à tester (25×15×5 mm³ [L, R, T]). Les neuf solutions suivantes, à base d'huile essentielles (HE), de résines (RB, RP) et de Tébuconazole (T), diluées dans l'éthanol (EtOH), ont été testées :

- 3 solutions de Tébuconazole (T) diluées dans l'éthanol : 0,1% T ; 0,01% T ; 0,001% T.
- 2 solutions de résine brute (RB) et de Tébuconazole (T), diluées dans l'éthanol: 5 % RB, 5% RB + 0,01 % T
- 2 solutions d'huile essentielle (HE) et de Tébuconazole (T), diluées dans l'éthanol: 0,5 % HE, 0,5% HE + 0,01 % T
- 2 solutions de résine purifiée (RP) et de Tébuconazole (T), diluées dans l'éthanol: 5 % RP, 5% RP + 0,01 % T

Les échantillons d'aubier de pin sylvestre sont, dans un premier temps, séchés à 103°C. Pour chacune des formulations précédentes, 30 échantillons ont été traités par procédé sous vide, à 5 mbar pendant 30 minutes, avant d'être immergés dans la solution pendant 1 heure à pression atmosphérique et température ambiante.

✓ Lessivage

Pour chaque formulation testée, la moitié des éprouvettes imprégnées a subi une épreuve de lessivage, selon la norme NF X 41-569 (2014), avant d'être exposée aux champignons ou aux termites. La seconde moitié des éprouvettes imprégnées est soumise directement à ces essais de durabilité. La masse anhydre des éprouvettes avant essais est notée m_0 .

✓ Résistance fongique et résistance aux termites

Les éprouvettes, préalablement lessivées ou non, ont été utilisées pour évaluer l'effet de synergie entre le Tébuconazole et les trois fractions des résines sur la durabilité du bois vis-à-vis des champignons (*Coniophora puteana* et *Trametes versicolor*) et des termites (*Reticulitermes flavipes*).

Les essais de résistance fongique ont été adaptés des directives spécifiées dans la norme EN 113 (2004), avec quelques adaptations décrites par Bravery (1979) : tailles des échantillons (6 répétitions de dimensions 25×15×5 mm³ [L, R, T] par formulation et par type de champignon) et durée d'exposition vis-à-vis des champignons (12 semaines à 22°C et à 70% RH.)

Chaque dispositif d'essai (boîte de pétri de 9 cm de diamètre), comprend trois éprouvettes à tester : deux éprouvette traitées et un échantillon témoin (pin sylvestre pour *Coniophora puteana* et hêtre pour *Trametes versicolor*). Chaque expérience a été répétée trois fois. Des contrôles de virulence ont également été effectués sur douze échantillons de pin sylvestre et de hêtre non traités.

A la fin des essais, le mycélium a été retiré des éprouvettes, qui ont ensuite été pesées à l'état anhydre (m_2). La perte de masse (PM) due à la dégradation produite par le champignon a été exprimée en pourcentage de la masse initiale de l'échantillon de bois, selon la formule suivante

$$PM (\%) = 100 \times [(m_{0 \text{ ou } 1} - m_2) / m_{0 \text{ ou } 1}]$$

Les tests screening de résistance aux termites ont été réalisés et adaptés en fonction des directives de la norme EN 117 (2013). Le protocole de ces essais est détaillé par Bedounguindzi et al. (2018). Après quatre semaines d'exposition vis-à-vis des termites, les échantillons ont été prélevés et nettoyés, une cotation visuelle des dégâts a été effectuée, puis le nombre de termites encore en vie a été compté pour déterminer leur taux de survie. Les échantillons ont été séchés à 103 °C, pesés (m_2) et les pertes de masse $PM(\%) = 100 \times [(m_{0 \text{ ou } 1} - m_2) / m_{0 \text{ ou } 1}]$ dues à la dégradation causée par les termites ont été calculées.

Résultats et discussion

✓ Résistance aux champignons

Les pertes de masse (PM) des éprouvettes traitées sont comparées avec celles des éprouvettes témoins (Fig. 1). Les valeurs moyennes de PM obtenues sur les éprouvettes traitées par le Tébuconazole, montre que ce système de préservation n'améliore la durabilité du bois que pour une concentration de 0,1%. Les valeurs moyennes de PM obtenues sur les échantillons imprégnés par les différentes fractions de résines uniquement (5% RB, 0,5% HE et 5% RP) sont supérieures à 30% et montrent donc que ces formulations simples n'améliorent pas la résistance du bois. Cependant, lorsque ces résines sont associées à 0,01% T, elles entraînent une amélioration importante de la durabilité du matériau (PM <5%). Ceci tendrait à montrer un effet de synergie entre les trois fractions de résines et le Tébuconazole. L'exclusion de l'humidité par la réduction des vides dans les parois des cellules (Ringman et al., 2013) expliquerait cette efficacité.

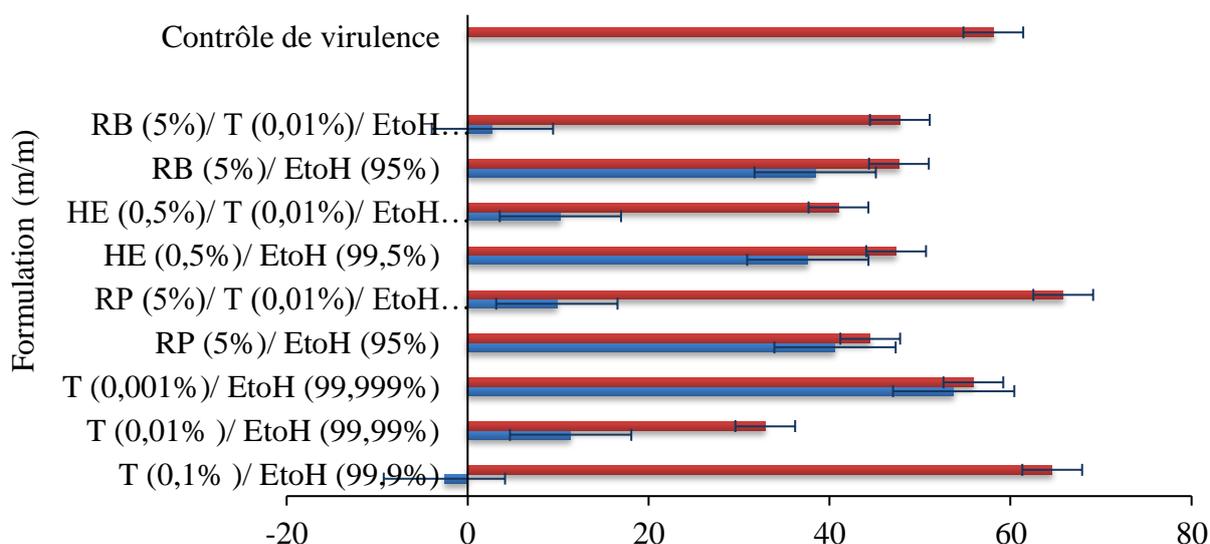


Fig. 2. Perte de masse [PM(%)] des éprouvettes traitées vis-à-vis de *C. puteana* après 12 semaines. Rouge : éprouvette de contrôle. Bleu : éprouvette traitée.

✓ Résistance aux termites

D'après le Tab.1, les résultats obtenus montrent que les éprouvettes traitées lessivées ou non lessivées sont moins dégradées par les termites que les éprouvettes témoins (PM>13,5%). Quelle que soit la concentration en Tébuconazole, des éprouvettes lessivées ou non, les pertes de masses et les taux de mortalité des termites sont inférieurs à ceux des témoins, mais les cotations visuelles sont toujours de 4. L'utilisation du Tébuconazole n'améliore donc pas considérablement la résistance du bois face aux termites. Le constat est le même en ce qui concerne les formulations à base d'huile essentielle [HE (0,5%) et HE (0,5%) / T (0,01%)], ce qui peut s'expliquer par la volatilité des composés qui la constituent et la quantité utilisée. Les formulations à base de RB et de RP confèrent quant à elles une meilleure résistance du bois face aux termites. Les éprouvettes traitées par ces formulations, non lessivées, ont une cotation visuelle de 1. Cependant le caractère lessivable de ces formulations est clairement mis en évidence. Les profils chimiques des trois fractions leur confèrent les propriétés antitermite et antifongique observées. L'efficacité de ce mélange serait donc attribué à la synergie entre nos trois fractions et le Tébuconazole.

Tab. 1. Effet des différents traitements sur la résistance aux termites d'aubier de pin sylvestre après 4 semaines

Solution d'imprégnation	Lessivage	PM(%)	TS(%)	CV
Sans EtOH	non	13,5±1,2	87,0±1,4	4
EtOH	non	13,8±0,4	87,3±3,1	4
T (0,1%) / EtoH (99,9%)	oui	8,2±4,3	56,7±20,0	4
	non	6,5±2,2	43,3±11,7	4
T (0,01%) / EtoH (99,99%)	oui	8,2±3,0	62,7±14,7	4
	non	6,4±4,8	49,3±7,6	4
T (0,001%) / EtoH (99,999%)	oui	10,9±1,6	68,0±5,3	4
	non	9,7±1,0	54,4±5,2	4
RB (5%) / EtoH (95%)	oui	12,7±2,7	76,0±8,7	4
	non	2,2±0,3	1,3±2,3	1
RB (5%) / T (0,01%) / EtoH (94,99%)	oui	5,6±5,4	22,0±38,1	3
	non	1,9±0,2	0,7±1,2	1
HE (0,5%) / EtoH (99,5%)	oui	11,9±2,1	82,0±3,5	4
	non	3,7±1,6	30,0±31,1	3
HE (0,5%) / T (0,01%) / EtoH (99,49%)	oui	13,2±1,9	82,7±3,1	4
	non	1,9±0,4	4,0±6,9	2
RP (5%) / EtoH (95%)	oui	12,0±2,4	72,7±3,1	4
	non	1,9±0,3	2,0±2,0	2
RP (5%) / T (0,01%) / EtoH (94,99%)	oui	11,1±1,2	76,0±7,2	4
	non	1,8±0,1	0,7±1,2	1

PM(%) = Perte de masse due aux termites ; TS= Taux de survie ; CV=Cotation visuelle : "0" - Aucune attaque ; "1" - Tentative d'attaque ; "2" - Attaque légère ; "3" - Attaque moyenne ; "4" - Attaque forte, T- Tébuconazole, EtOH- Ethanol ; RB= Résine brute ; HE= Huile essentielle ; RP= Résine purifiée

Références

Bedoungindzi WF, Candelier K, Engonga PE, Dumarçay S, Thévenon M.F., Gérardin P. (2018) Caractérisations chimiques et activités antitermites des fractions volatiles (huile essentielle et résine brute) et lourde (résine purifiée) de *Canarium schweinfurthii* (Aiélé) du Gabon. 7^{ème} Journée du GDR Bois, Journées Bois 20-22 Novembre 2018, Cluny (France).

EN 113, European committee for standardization (2004). Wood preservatives - determination of toxic values of wood preservatives against wood destroying basidiomycetes cultured on agar medium.

EN 117, European committee for standardization (2013). Wood preservatives - Determination of toxic values against *Reticulitermes* species (European termites) (laboratory method).

NF X 41-569 (2014). Laboratory method for obtaining samples for analysis to measure losses into water or synthetic sea water.

C02 : Durabilité naturelle, Composition chimique et Analyse GC/MS des composés extractibles du bois de coeur du noisetier du Gabon : *Coula edulis* baill.

BOPENGA BOPENGA Christ Stone Arnaud¹, DUMARÇAY Stéphane², EDOU ENGONGA Prosper³, GERARDIN Philippe²

¹Doctorant, LERMAB, Faculté des Sciences et Technologies, 54506 Vandœuvre-lès-Nancy, France.

²LERMAB, Faculté des Sciences et Technologies, 54506 Vandœuvre-lès-Nancy, France.

³LAPLUS, Laboratoire Pluridisciplinaire des Sciences de Libreville, BP 17009 Ecole Normale Supérieure, Gabon

Christ-stone-arnaud.bopenga-bopenga@univ-lorraine.fr

Mots clefs : *Coula edulis*, Durabilité naturelle, Composition chimique, noisetier du Gabon, Extractible,

Consignes générales :

Le bassin du Congo abrite une biodiversité d'arbres, de flore et de faune exceptionnelles. Cependant, l'immense patrimoine naturel des forêts de cette région est de plus en plus menacé par de nombreux facteurs anthropiques, en raison de l'exploitation sélective de certaines espèces de bois. Au Gabon, dont l'écosystème est représentatif de cette région, la forêt représente près de 80% du territoire national. Seule une minorité d'essences de bois est exploitée en raison de leur valeur marchande élevée (Ageos, 2015). Les conséquences directes de cette exploitation sélective sont la diminution de la disponibilité, voire la disparition éventuelle de certaines essences de bois associées aux marchés internationaux en croissance rapide des bois tropicaux. C'est le cas du kevazingo, classé comme espèce en voie de disparition et donc interdit d'exploitation. Outre ces principales espèces exploitées, plusieurs espèces moins connues sont disponibles au Gabon. C'est le cas de la noisette gabonaise (*Coula edulis* baill), dont le bois est utilisé par les populations locales pour sa longévité en raison de sa résistance aux champignons, aux insectes et plus particulièrement aux termites. Il est utilisé pour fabriquer du charbon de forge et est utilisé dans la construction comme poteaux ou linteaux (Moupela C et al, 2010-2013). Dans ce contexte, il nous semblé intéressant d'étudier plus en détail cette essence, ayant pour le moment fait l'objet de peu d'études scientifiques, d'abord par l'étude de la durabilité naturelle de *Coula* vis-à-vis de champignon de pourriture brune (*Poria placenta*, *Coniophora puteana* et *Gloeophyllum trabeum*) et de pourriture blanche (*Coriolus versicolor* et *Pycnoporus sanguineus*). Puis la détermination de sa composition chimique. Enfin par la quantification et la caractérisation GC/MS des composés extractibles de *Coula*. L'objectif général de ce travail étant de valoriser la qualité des bois tropicaux peu connus du bassin du Congo plus particulièrement du Gabon comme *Coula edulis*, tout en étant à la recherche de nouveaux produit biocides dans les domaines (préservation du bois, cosmétique, etc ...).

Matériel et méthode :

Tous les travaux ont été réalisé sur le bois de coeur d'un arbre provenant d'une forêt primaire Gabonaise dans la zone d'Ayémé, dont l'âge a été estimé entre 50 et 75 ans. Les essais de durabilité naturelle vis-à-vis des champignons basidiomycètes cités plus haut ont réalisés en boîte de pétri en utilisant des éprouvettes de *Coula edulis* extraites et non extraites, selon de la norme européenne EN 113. Pour les témoins de virulence, le *Hêtre* a été choisi pour les *champignons de pourritures blanches et le *Pin* pour les champignons de pourritures brunes. Après 16 semaines d'exposition, les pertes de masse ont été évaluées. Pour déterminer les

teneurs en extractibles, des extractions successives en utilisant des solvants de polarité croissante (Dichlorométhane, Acétone, Toluène/éthanol (2v/1v) et Eau) ont été réalisées au Soxhlet à partir de la sciure finement broyée et tamisée ($\varnothing=0,160\text{mm}$) du bois de cœur de *Coula edulis*. L'analyse GC/MS a été effectuée à l'aide d'un chromatographe en phase gazeuse Perkin Elmer Clarus 680, couplé à un spectromètre de masse Perkin Elmer Clarus SQ8, l'ensemble est piloté par le logiciel Turbo mass v.6.1 et disposant d'une base de données NIST (Institut national des normes et de la technologie, Gaithersburg, MD, Etat Unis) (édition 2011). A l'aide de la sciure ($\varnothing=0,160\text{mm}$) du bois de cœur de *Coula edulis* préalablement extraite aux mélange toluène/éthanol (2/1, v / v) puis à l'éthanol et séchée à 103°C à l'étuve pendant 48 heures, la composition chimique a été déterminé. La fraction de lignine de Klason a été obtenu en éliminant les polysaccharides, la fraction de cellulose a été obtenu en utilisant l'acide nitrique dans l'éthanol selon la méthode de Kurschner et Hoffner (Antunes, 2000) et de manière similaire à l'isolement de la lignine par la dégradation et la suppression des autres composants du bois, la fraction d'holocellulose est obtenue en utilisant la méthode au chlorite de sodium acide.

Résultats et discussion :

Tab. 1 :

Perte corrigée de perte de masse après 16 semaines d'exposition fongique (moyenne de 12 essais \pm écart type)

Essence de bois	Perte de masse corrigée des blocs (%)				
	<i>Coriolus versicolor</i>	<i>Pycnoporus sanguineus</i>	<i>Poria placenta</i>	<i>Coniophora puteana</i>	<i>gloephylium trabeum</i>
Témoin <i>Hêtre</i>	48,9 \pm 3	50,2 \pm 9,5	-	-	-
Témoin <i>Pin</i>	-	-	40,6 \pm 7,5	48,5 \pm 8,3	35,3 \pm 1,9
<i>C.eduis</i> non extrait	1,3 \pm 0,4	1,28 \pm 0,9	0,4 \pm 0,1	0,5 \pm 0,1	- 0,2 \pm 0,1
<i>C.edulis</i> extrait	19,8 \pm 0,9	17,5 \pm 0,9	10,8 \pm 0,9	12,8 \pm 0,3	8,5 \pm 0,7

Les résultats ont montré qu'après 16 semaines d'exposition, les pertes de masse des contrôles de virulence allaient de 48,9% pour *Coriolus versicolor* à 50,2 pour *Pycnoporus sanguineus* pour le hêtre et 35,3% pour *Gloephylium trabeum* à 48,5% pour *Coniophora puteana* avec 40,6% pour *Poria placenta* pour l'aubier du pin. Pour être valables, les pertes de poids des échantillons de contrôle doivent être supérieures à 30% conformément à la norme européenne EN 113, ce qui indique que la virulence de tous les champignons testés peut être validée. Le tableau 1 montre également que les pertes de masse de tous les blocs de bois de coeur non extraits de *C. edulis* sont inférieures à 2%, quels que soient les champignons utilisés. On peut donc dire que cette espèce présente une bonne résistance aux attaques fongiques (pourriture blanche ou brune). Ces résultats sont comparables à ceux obtenus par Nzokou et al. (2005) et Saha Tchinda et al. (2018), qui ont travaillé sur la durabilité naturelle des essences de bois camerounaises. Selon la norme EN 350-1 (1994), la durabilité naturelle d'une essence de bois peut être classée en cinq catégories différentes selon le rapport (x) correspondant à la perte de masse moyenne de l'espèce étudiée sur la perte de masse moyenne de bois non durable espèces utilisées comme contrôle de virulence.

Tab.2 : Classification de la durabilité basée sur la norme EN 350-1, 1994

Essence de bois	<i>Coriolus versicolor</i>	<i>Pycnoporus sanguineus</i>	<i>Poria placenta</i>	<i>Coniophora puteana</i>	<i>Gloeophyllum trabeum</i>
<i>C.edulis</i> non extrait	1 (x=0,02)	1 (x=0,02)	1 (x=0,01)	1 (x=0,01)	1 (x=0,005)
<i>C.edulis</i> extrait	3 (x=0,40)	3 (x=0,35)	2 (x=0,27)	2 (x=0,26)	2 (x=0,24)

1= Très durable, 2= Durable, 3= Moyennement durable, 4= Peu durable, 5= Non durable.

Les blocs de bois non extraits étaient très durables selon cette norme. Après extraction, les résultats ont clairement montré que la durabilité de *C. edulis* diminuait. Lorsque les produits d'extraction sont retirés, le bois devient généralement plus vulnérable aux attaques de champignons. La durabilité naturelle de *C. edulis* peut être attribuée en grande partie à la présence d'extraits riches en composés phénoliques et polyphénoliques en raison du rendement d'extraction élevé obtenu avec l'acétone. En effet, de nombreuses études évaluant l'effet des extractifs sur l'inhibition de la croissance fongique (Seppänen et al, 2004; Eslyn et al, 1981; Diouf et al, 2002; Carrillo-Parra et al, 2012) ont conclu que les composés phénoliques et les terpènes présentaient activité inhibitrice. Ainsi, la présence potentielle de composés phénoliques dans les extraits pourrait justifier sa durabilité naturelle contre les attaques fongiques. Les composés identifiés lors de l'analyse GC/MS sont indiqués dans la figure ci-dessus :

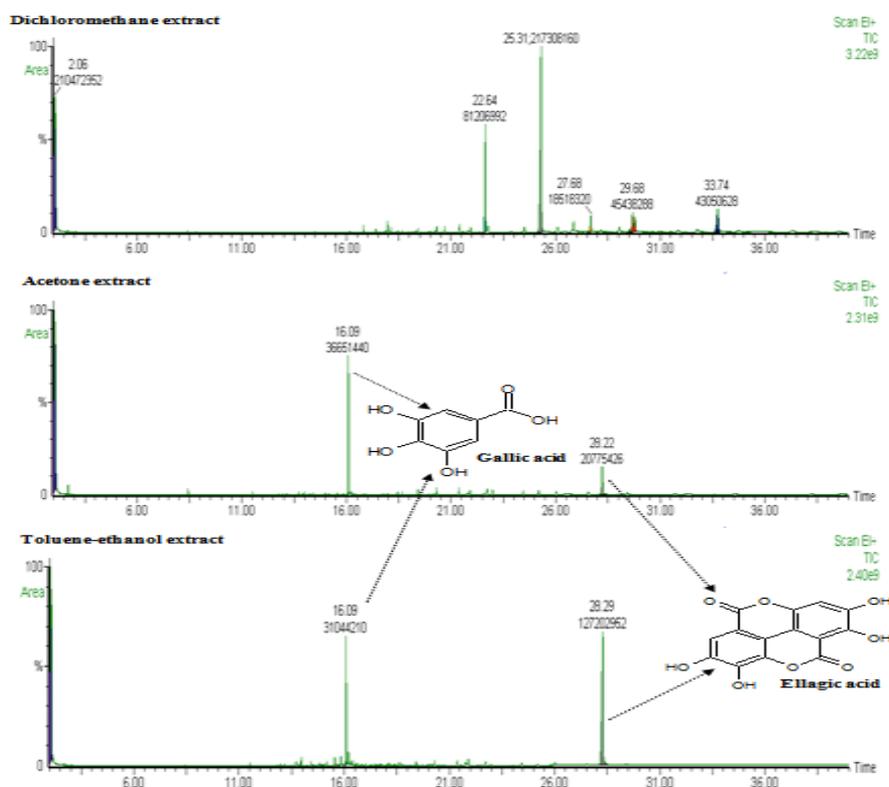


Fig1 : Analyse GC/MS des différents extraits .

Les résultats de la composition chimique du bois de cœur de *Coula edulis* sont présentés dans le tableau ci-dessus :

Tab.3 : Composition chimique du bois de coeur de *Coula edulis* (moyenne de trois essais \pm écart type)

Composition chimique du bois de cœur de <i>Coula edulis</i>	
Extractibles (% en masse sèche de bois)	
Toluène/éthanol	7,5 \pm 0,1
Ethanol	4,6 \pm 0,2
Total	12,1 \pm 0,3
Lignine de Klason (% en masse sèche de bois)	34,6 \pm 0,4
Cellulose (% en masse sèche de bois)	46,9 \pm 0,6
Holocellulose (% en masse sèche de bois)	72,5 \pm 0,3
Hémicellulose	25,6

La teneur en hémicellulose a été obtenue indirectement en déduisant la différence entre la teneur en holocellulose et la teneur en cellulose. **Teneur en hémicellulose (%) = teneur en holocellulose - teneur en cellulose.**

La teneur particulièrement élevée en lignine (34,6%) correspond à la teneur en lignine trouvée dans la plupart des bois tropicaux avec une très bonne durabilité naturelle, contrairement à la teneur en lignine habituellement trouvée dans les bois tempérés. C'est le cas de la teneur en lignine (32,2%) du teck du Timor oriental dans les travaux de Miranda et al., 2011. La teneur particulièrement élevée en lignine de *Coula edulis*, qui est un polymère amorphe, de nature phénolique, consistant notamment en motifs guaïacyle et syringyle dérivés d'alcools résineux et sinapyliques, contribuerait, en plus de la nature des extractibles, à expliquer la nature la durabilité de cette espèce.

Conclusions et perspectives :

La durabilité naturelle de *coula edulis* s'explique dans un premier temps par la nature des composés phénoliques qu'elle renferme puis par sa composition chimique notamment sa teneur élevée en lignine biopolymère renouvelable de structure complexe formé d'unité de phénylepropane. Ces composés phénoliques peuvent être utilisés comme sources de développement de nouveaux produits antifongiques. Pour la suite il serait intéressant de réaliser également des tests sur des termites et approfondir la caractérisation de ces composés phénoliques avec des analyses RMN et LC/MS.

Références

- Diouf P.N., Delbarre N., Perrin D., Gérardin P., Rapin C., Jacquot J.P., Gelhaye E. (2002). Influence of tropolone on *poria placenta* wood degradation, Appl. Environ. Microbiol. 68. 4377–4382.
- Saha Tchinda J.B., Abia D., Dumarçay S., Ndikontar K.M., Gérardin P., Noah Ngamveng J., Perrin D., (2013). Antioxidant activities, total phenolic contents and chemical compositions of extracts from four Cameroonian woods: padouk.
- Seppänen S.K., Syrjälä L., Von Weissenberg K., Teeri T.H., Paajanen L., Pappinen A. (2004). Antifungal activity of stilbenes in vitro bioassays and in transgenic *Populus* expressing a gene encoding Pinosylvin synthase. Plant Cell Rep. 22. 584–593.

C03 : Etude de l'influence de la composition de l'atmosphère sur le traitement thermique du bois de hêtre en four pilote

COLIN Baptiste¹, LAURENT Camille¹, CHASTAN Guilhem¹, LECONTE François¹,
PETRISSANS Anélie¹, PETRISSANS Mathieu¹

¹Université de Lorraine, Inra, LERMaB, F88000, Epinal, France
baptiste.colin@univ-lorraine.fr

Mots clefs : traitement thermique, vapeur d'eau, thermodégradation, colorimétrie, thermogravimétrie.

Contexte et objectifs

Dans le contexte de crise énergétique et environnementale, le procédé de traitement thermique a connu un développement rapide depuis les années 1980 (Bourgeois and Guyonnet 1988). Ce procédé est actuellement connu mondialement comme une alternative aux procédés de préservation mettant en œuvre des agents chimiques. En effet, il constitue une voie écologique pour améliorer les propriétés du matériau bois en le rendant plus stable dimensionnellement et plus durable vis-à-vis des attaques fongiques (Sandberg and Kutnar 2016). Le traitement thermique pour la production de bois d'œuvre consiste en la chauffe du matériau (classiquement sous atmosphère inerte : azote ou vide) à une température de 180-240 °C avec de faibles vitesses de chauffe de l'ordre de 0,25 – 1 °C/min (Pétrissans et al. 2014).

Les principaux procédés commerciaux disponibles actuellement sont présentés dans le Tab. 1 :

Procédé	Atmosphère	Paramètres opératoires	Pays
PLATO	Air chaud et vapeur d'eau saturée	Température : 170-190 °C Durée du procédé : 18-22 h	Pays-bas
ThermoWood	Vapeur d'eau	Température : 185-215 °C Durée du procédé : 30-70 h	Finlande
Le Bois Perdure	Vapeur d'eau	Température : 200-300 °C Durée du procédé : 12-36 h	France
Retification	Azote (avec moins de 2 % d'oxygène)	Température : 160-240 °C Durée du procédé : 8-24 h	France
OHT (Oil Heat Treatment)	Huile végétale	Température : 180-220 °C Durée du procédé : 24-36 h	Allemagne

Tab. 1 : Conditions opératoires des principaux procédés commerciaux.

Les procédés diffèrent donc par leurs température et durée de traitement mais également par l'atmosphère utilisée. A l'heure actuelle, il n'existe cependant pas d'étude comparant les effets des différentes atmosphères ainsi que l'impact de celles-ci sur les propriétés du matériau obtenu. Les travaux présentés ici ont donc pour objectif de palier à ce manque d'informations et donc de fournir les données nécessaires au choix de l'atmosphère lors du montage d'une unité de traitement thermique.

Matériel et méthodes

Le matériau utilisé

Pour cette étude, des planches de hêtre (*Fagus sylvatica*) ont été utilisées. Ces planches ont été rabotées pour les amener aux dimensions souhaitées (300x100x20 mm³). Les planches ont été séchées en étuve à 105 °C jusqu'à stabilisation de la masse avant l'étape de traitement thermique.

Le traitement thermique

Le traitement thermique des planches de hêtre a été réalisé dans un four pilote développé au sein du laboratoire (voir Fig. 1).



Fig. 1 : Le pilote de traitement thermique.

Ce pilote peut traiter simultanément 10 planches dont les dimensions n'excèdent pas 300x100x30 mm³ à une température située entre la température ambiante et 250 °C. Pour cette étude, seules deux planches ont été traitées à chaque essai. L'enceinte du pilote de traitement est chauffée électriquement et peut être balayée par de l'air, de l'azote, de la vapeur d'eau ou un mélange de ces gaz. Le gaz utilisé est également préchauffé à la température de traitement avant d'être injecté dans l'enceinte. Une sonde lambda en sortie de réacteur permet la mesure du taux d'oxygène afin de prévenir d'éventuels phénomènes de combustion des planches. Les gaz issus de la dégradation du bois, mélangés aux gaz de balayage, subissent une phase de barbotage en milieu aqueux afin d'éliminer les principaux condensables avant d'être évacués dans une sorbonne.

Les profils de traitement thermique adoptés pour cette étude sont composés d'une montée en température jusqu'à 103 °C et stabilisation pendant 20 min (séchage), puis montée jusqu'à 170 °C et stabilisation pendant 20 min (homogénéisation thermique), puis montée jusqu'à la température de traitement (200, 220, 230 ou 250 °C) et stabilisation pendant 2 ou 3 h.

La régulation en température du four est assurée par 4 thermocouples répartis dans l'enceinte et la température du bois est mesurée par un thermocouple supplémentaire inséré dans une planche.

Caractérisation des matériaux obtenus

Les planches de bois utilisées ont été pesées avant (m_i) et après (m_f) traitement afin de calculer la perte de masse (PM) due à la dégradation des biopolymères suivant l'Eq. 1.

$$PM = \frac{m_i - m_f}{m_i} \times 100 \quad \text{Eq. 1}$$

Après traitement, une mesure colorimétrique a été réalisée à l'aide d'un chromamètre (CR-410, Konica Minolta) suivant le référentiel CIELAB. Les mesures ont été réalisées sur 4 emplacements pour chaque planche et les résultats présentés sont les valeurs moyennes. Le

paramètre a^* positionne la couleur entre le vert et le rouge, le paramètre b^* positionne la couleur entre le bleu et le jaune et le paramètre L^* renseigne sur la clarté de l'échantillon (100 = blanc et 0 = noir).

Suite à cette détermination colorimétrique sur les matériaux brut et traités, il est possible de calculer la variation de couleur due au traitement suivant l'Eq. 2.

$$\Delta E^* = \sqrt{(\Delta L^*)^2 + (\Delta a^*)^2 + (\Delta b^*)^2} \quad \text{Eq. 2}$$

Où ΔL^* , Δa^* et Δb^* sont les différences observées avant et après traitement pour les paramètres L^* , a^* et b^* respectivement.

Enfin, les planches obtenues ont été broyées puis analysées thermogravimétriquement (TGA2, Mettler Toledo) afin d'identifier les phases de décomposition des principaux composés du bois.

Résultats et discussion

Influence de l'atmosphère de traitement sur la perte de masse

La Fig. 2 présente l'évolution de la perte de masse constatée en fin de traitement pour différentes températures de traitement sous azote et sous vapeur d'eau.

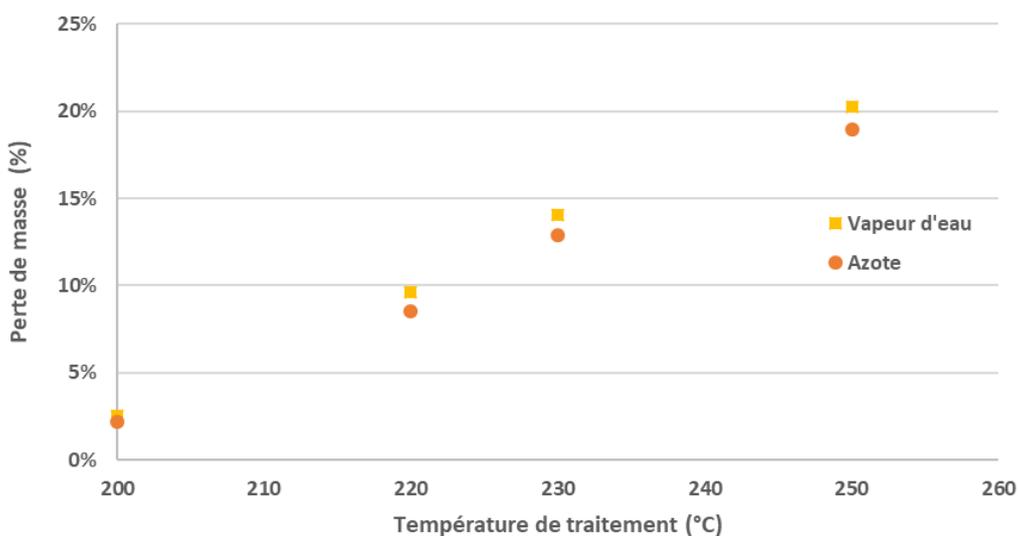


Fig. 2 : Influence de la température et de la composition de l'atmosphère sur la perte de masse lors du traitement thermique de bois de hêtre.

Il apparaît clairement que la dégradation du bois de hêtre est plus rapide sous vapeur d'eau que sous azote. En effet, à température et durée de traitement identiques, les bois traités sous vapeur d'eau présentent une perte de masse en fin de traitement plus importante que les bois traités sous azote. La différence de perte de masse entre les deux conditions est de l'ordre de 1-1,5% pour les traitements menés entre 220 et 250 °C et augmente légèrement avec la température de traitement. Il est donc possible de déduire de ces expériences que, même à ces températures relativement basses, la vapeur d'eau intervient de manière non négligeable sur les réactions de thermodégradation des biopolymères composant le matériau bois.

Influence de l'atmosphère de traitement sur la couleur du bois traité et sur les résultats ATG

Comme classiquement observé dans la littérature, plus la température de traitement est élevée, plus les matériaux obtenus sont de couleur foncée.

Ces variations colorimétriques sont quantifiées sur la Fig. 3 :

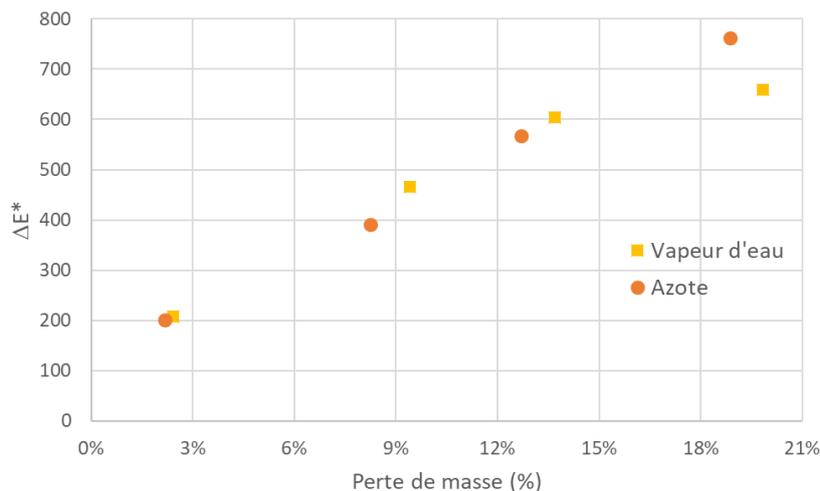


Fig. 3 : Evolution de la couleur du hêtre lors des traitements sous vapeur d'eau et sous azote.

Pour les faibles pertes de masse les comportements sont similaires quelle que soit l'atmosphère de traitement. La variation de couleur semble alors corrélée de manière linéaire avec la perte de masse, en faisant donc un bon indicateur de la sévérité du traitement. Lorsque la perte de masse dépasse les 18%, la variation de couleur sous vapeur d'eau semble s'infléchir. Des essais complémentaires sont nécessaires pour confirmer cette tendance.

Les résultats ATG n'ont pas montré de différences significatives entre les bois traités sous différentes atmosphères avec des profils de dégradation principalement liés à la perte de masse.

Conclusion et perspectives

Des différences significatives ont été observées entre les traitements sous vapeur d'eau et sous azote avec une dégradation plus rapide dans le premier cas. Les premiers résultats d'étude colorimétrique démontrent des comportements similaires lors des deux types de traitement sauf aux températures les plus élevées où la couleur lors du traitement sous vapeur d'eau semble se stabiliser plus rapidement. Des essais supplémentaires seront conduits afin de confirmer les tendances observées dans cette étude et d'identifier les réactions qui se trouvent modifiées en présence de vapeur d'eau.

Références

- Bourgeois J, Guyonnet R. (1988). Characterization and analysis of torrefied wood, *Wood Science and Technology*, 22, 143-155.
- Pétrissans A, Younsi R, Chaouch M, Gérardin P, Pétrissans M. (2014). Wood thermodegradation: experimental analysis and modeling of mass loss kinetics. *Maderas. Ciencia y tecnología*, 16(2), pp. 133-148.
- Sandberg D, Kutnar A. (2016). Thermally modified timber: recent developments in Europe and North America, *Wood Fiber Sci.*, 48, pp. 28-39.

C04 : Synthèse de nouveaux dérivés lipophiles ou amphiphiles de composés phénoliques xylo-sourcés par hémisynthèse et biocatalyse

EID Georges^{1,2}, VIROT-HUMEAU Catherine², CHAPUIS Hubert¹, CHEBIL Latifa², GERARDIN-CHARBONNIER Christine¹

¹Laboratoire d'Etudes et de Recherche sur le Matériau Bois (LERMAB), EA 4370 – USC INRA, Université de Lorraine, Faculté des Sciences et Technologies, BP 70239 Vandœuvre-lès-Nancy cedex, France

²Laboratoire Réactions et Génie des Procédés (LRGP), CNRS UMR 7274, Université de Lorraine, ENSAIA, BP 20163, 54505 Vandœuvre-lès-Nancy cedex, France

georges.eid@univ-lorraine.fr

Mots clefs : Polyphénols ; extractibles du bois ; modification chimique ; catalyse enzymatique ; acylation ; auto-assemblage ; antioxydant ; modélisation moléculaire.

Contexte et objectifs

La diminution des ressources pétrochimiques facilement accessibles, suscite depuis ces vingt dernières années, un intérêt croissant pour l'utilisation de matières premières d'origine renouvelable. La chimie bio-sourcée s'est tout d'abord fortement développée autour des agro-ressources annuelles ; elle se tourne maintenant de plus en plus vers l'utilisation de la biomasse ligno-cellulosique issue du bois car celle-ci constitue une source de carbone renouvelable particulièrement abondante sur terre et dont l'utilisation n'entre pas en compétition avec les ressources alimentaires. L'industrie de première transformation du bois génère chaque année des volumes importants de déchets qui sont à l'heure actuelle, soit recyclés vers d'autres filières comme la papeterie ou l'industrie des panneaux, soit utilisés comme source d'énergie, et donc vers des marchés de faible valeur ajoutée. Le projet se situe dans ce contexte de développement durable et de valorisation des co-produits de l'industrie du bois par l'exploitation des métabolites secondaires présents dans le bois, comme les composés phénoliques, et plus précisément les flavonoïdes (Wijayanto, 2015) qui présentent en effet un intérêt pour leurs activités biologiques (Li, 2019).

Pour valoriser ces composés, l'objectif de ce travail est de modifier leur structure tout en conservant leurs propriétés initiales pour former des composés bi- et tri-modulaires en greffant des acides gras de différentes longueurs de chaînes, des acides aminés, par deux voies : la voie chimique et la voie enzymatique. Les composés bi-modulaires sont constitués d'un flavonoïde auquel s'est greffé un acide gras, par contre les composés tri-modulaires sont constitués d'un flavonoïde auquel se sont greffé un acide aminé et un acide gras également.

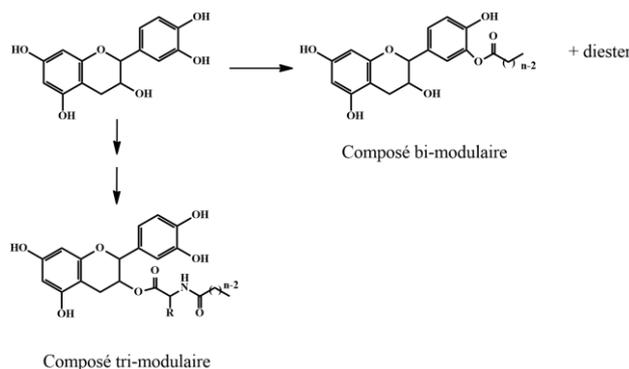


Schéma. 1 : Composés bi- et tri-modulaires

L'objectif de ces modifications est d'une part d'exacerber leurs activités biologiques par la modulation de leur balance hydrophile / hydrophobe, pour faciliter leur passage à travers les barrières biologiques et d'autre part, de faciliter leur formulation en leur apportant des propriétés d'auto-assemblage. Cette nouvelle approche combinant les outils de synthèse chimique et les catalyseurs enzymatiques a pour but de conduire au développement de procédés performants et sélectifs permettant l'obtention de biomolécules de structure complexe via des schémas réactionnels plus courts et respectueux de l'environnement. Le choix du mode de modification structurale par hémisynthèse chimique, enzymatique ou chimio-enzymatique, se fera en fonction de la faisabilité, de la sélectivité des transformateurs, de la facilité de mise en œuvre et des performances de chacune des approches.

Premier résultats

Hémisynthèse

Les modifications chimiques sont réalisées sur la catéchine choisie dans un premier temps comme polyphénol modèle. Deux voies ont été étudiées. La première vise le greffage au niveau de l'hydroxyle aliphatique en faisant des réactions de protection/déprotection au niveau des hydroxyles phénoliques. La deuxième correspond au greffage par voie directe sur un des hydroxyles phénoliques sans toucher à l'hydroxyle aliphatique.

La première molécule cible est le composé tri-modulaire suivant : catéchine – acide aminé - acide gras. Plusieurs voies de synthèse sont envisagées pour obtenir ce tri-module. D'une part les groupements hydroxyles phénoliques de la catéchine doivent ont été protégés, par benzylation, et d'autre part l'acide aminé et l'acide gras, ont été couplés, pour que le greffage soit possible sur le OH aliphatique du flavonoïde. Le couplage final a été réalisé par estérification. Finalement, une réaction de déprotection, une hydrogénation catalytique sur palladium sur charbon, doit être réalisée pour obtenir le tri-module en question.

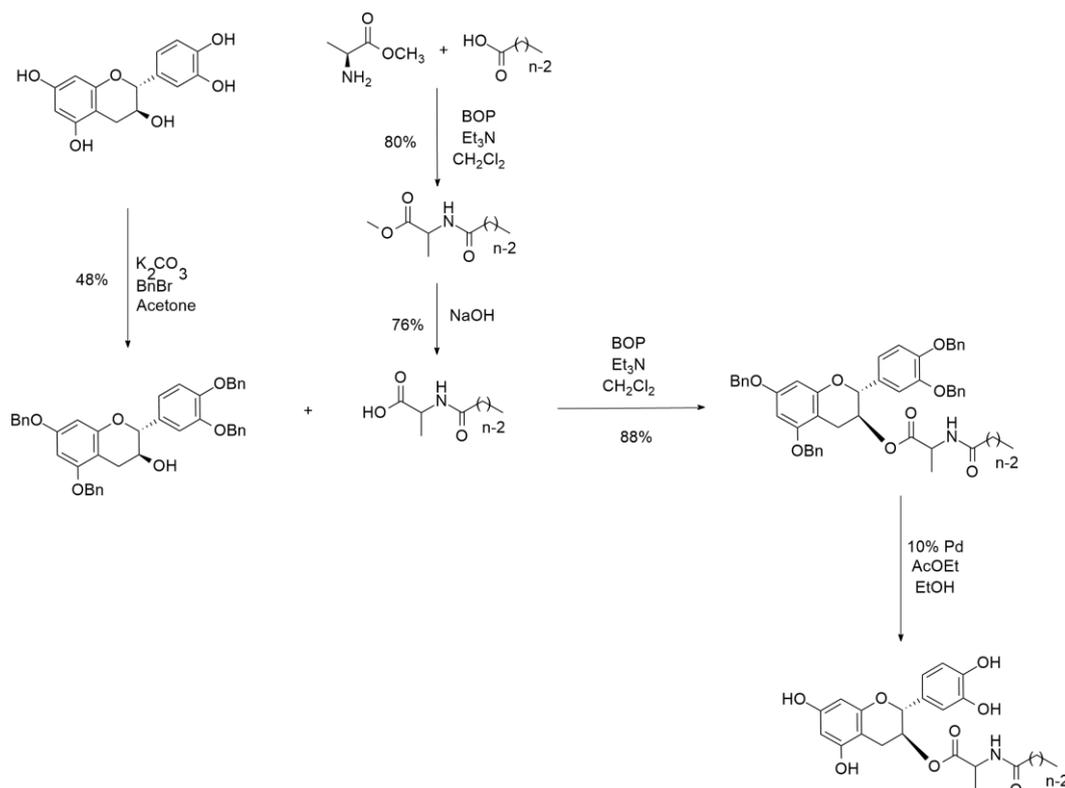


Schéma. 2 : Synthèse du composé tri-modulaire. n=10

La deuxième molécule cible est un bi-module : catéchine – acide gras.

La synthèse de ce bi-module se fait en une seule étape via une acylation directe sur un des hydroxyles phénoliques. La mise au point de cette réaction est en cours car elle n'est pas totale, et en plus du mono-ester, qui est généralement majoritaire, et du di-ester, du flavonoïde initial est retrouvé dans le milieu réactionnel à la fin de la réaction.

Biocatalyse

Plusieurs paramètres peuvent affecter l'efficacité d'une réaction enzymatique d'acylation : le ratio molaire entre les réactifs, la température, la durée, la vitesse d'agitation, la concentration et l'origine de l'enzyme, l'activité de l'eau du milieu. Après une étude bibliographique on a choisi les conditions suivantes : ratio molaire receveur d'acyle : donneur d'acyle 1 :20, température de 60°C, durée de 7 jours, vitesse d'agitation de 1200 rpm (Saik, 2017). En plus, tous les réactifs, solvants et enzymes sont séchés au préalable pour limiter les phénomènes hydrolytiques qui entrent en compétition avec l'acylation.

Le travail a été effectué avec quatre composés phénoliques : la quercétine, la catéchine, la naringénine et la rutine qui servira en tant que témoin. Des études de faisabilité ont été faites en utilisant la lipase de *Candida antarctica* ; on obtient un produit qu'avec la rutine et non pas avec les flavonoïdes aglycones.

Les premiers essais de synthèse ayant montré qu'aucun produit n'est obtenu lors de l'acylation des flavonoïdes aglycones par un acide gras, en présence de CAL-B, il a été décidé d'ouvrir le champ de recherche à d'autres systèmes réactionnels. Ainsi, un screening d'enzymes commerciales, *Candida antarctica*, *Pseudomonas cepacia*, *Mucor miehei*, *Aspergillus oryzae*, *Candida rugosa* et *Thermomyces lanuginosus*, a été réalisé pour l'acylation de deux flavonoïdes aglycones, la quercétine et la catéchine. Le seul produit obtenu était avec la quercétine et la lipase de *Pseudomonas cepacia*.

Modélisation moléculaire

Des simulations de modélisation moléculaire accompagnent la démarche expérimentale afin de comprendre et prédire la sélectivité et l'efficacité réactionnelle, et guideront la détermination de stratégies de synthèse pertinentes au regard des biomolécules étudiées, en étudiant la réactivité et la nucléophilie des différents groupements hydroxyles.

Conclusion et perspectives

En ce qui concerne les modifications structurales par hémisynthèse l'acylation directe de la catéchine par un acide gras va être réalisée en changeant plusieurs paramètres afin d'obtenir le bon produit avec un rendement élevé. L'acylation des flavonoïdes aglycones par biocatalyse est difficile à réaliser contrairement aux flavonoïdes glycosylés, c'est pourquoi nous envisageons d'utiliser des donneurs d'acyle activés comme les esters de vinyloxy.

Les propriétés anti-oxydantes et d'auto-assemblage des dérivés obtenus seront caractérisées et les propriétés biologiques telles qu'anti-inflammatoire ou anti-prolifératives pourront être évaluées.

Références

Li M., Fokkink R., Ni Y., Mieke Kleijn J. M. (2019) Bovine beta-casein micelles as delivery systems for hydrophobic flavonoids, *Food Hydrocolloids*, 96, 653-662.

Saik A. Y. H., Lim Y. Y., Choo W. S., Stanslas J. (2017) Enzymatic synthesis of quercetin oleate esters using *Candida Antarctica* lipase B, *Biotechnology Letter*, 39, 297-304.

Wijayanto A., Dumarçay S., Gérardin-Charbonnier C., Sari R. K., Syafii W., Gérardin P. (2015) Phenolic and lipophilic extractives in *Pinus merkusii* Jungh. et de Vries knots and stemwood, *Industrial Crops and Products*, 69, 466-471.

C05: Mechanical performance for LVL induced by HVEF treatment

HE Qian^{1,2}, Nicolas Brosse², Xiaoning Lu¹

¹College of Materials Science and Engineering, Nanjing Forestry University, Nanjing 210037, P.R. China

²LERMAB, Faculty of Science and Technology, University of Lorraine, Vandoeuvre-lès-Nancy 54506, France.

qian.he@univ-lorraine.fr

Mots clefs : high voltage electrostatic field; mechanical property; bonding interphase; aggregation; free radicals; polar groups

Context and objectives

The laminated veneer lumber (LVL) has been extensively utilized in exterior and interior. Bonding property of LVL has been investigated recent years without taken wood porous structure into consideration and shear failure strength involved in the mechanical property varied with bonding strength (Kobel 2016). The technology of high voltage electric field (HVEF) has been utilized due to unique effects on surface performance and interphase of various material (Kilic 2015). Increased polarization degree and triggered ions were obtained and kinetics characteristic (movement direction and rate) of fluid was significantly changed as well. The physical-chemistry property of wood-to-PF interphase has been little investigated with the application of HVEF before. Due to the effect of HVEF on surface property and dominating fluid, varied treating times were selected to investigate surface characteristic structure of wood, polymerization extent of PF and bonding interphase of wood-to-PF, explaining improved mechanical performance of LVL fabricated by HVEF.

Material and methods

The rotary cut veneer of Masson pine (*Pinus massoniana* Lamb.) and Poplar (*Populus tomentosa* Carr.) respectively from Guangdong Province and Jiangsu Province of China were used as testing materials. The Masson pine and Poplar veneers were cut to 40 cm × 40 cm × 2 cm. The manufacturing process of LVL is concisely described in Figure 1. HVEF was established in the hot-pressing machine and the intensity was set to 1.5 kV/mm. The bonding strength was measured by the compression shear method according to the ASTM D905-98. The mechanical properties were investigated according to EN 14279-2009 and GB/T 20241-2006. The wood surface property, polymerization extent of PF, bonding interphase of wood-to-PF were also conducted in the study.

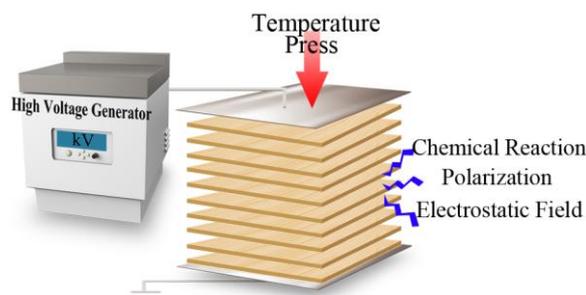


Fig. 1 : Schematic diagram showing the high voltage generator applied in the LVL.

Results and discussions

As depicted in Figure 2 (a) and (c), the distribution of PF adhesive was desultory and irregular among the bonding interphase, permeating within the wood veneer, with an average depth of penetration of about $933 \mu\text{m}$ and $867 \mu\text{m}$ for Poplar and Masson pine, respectively.

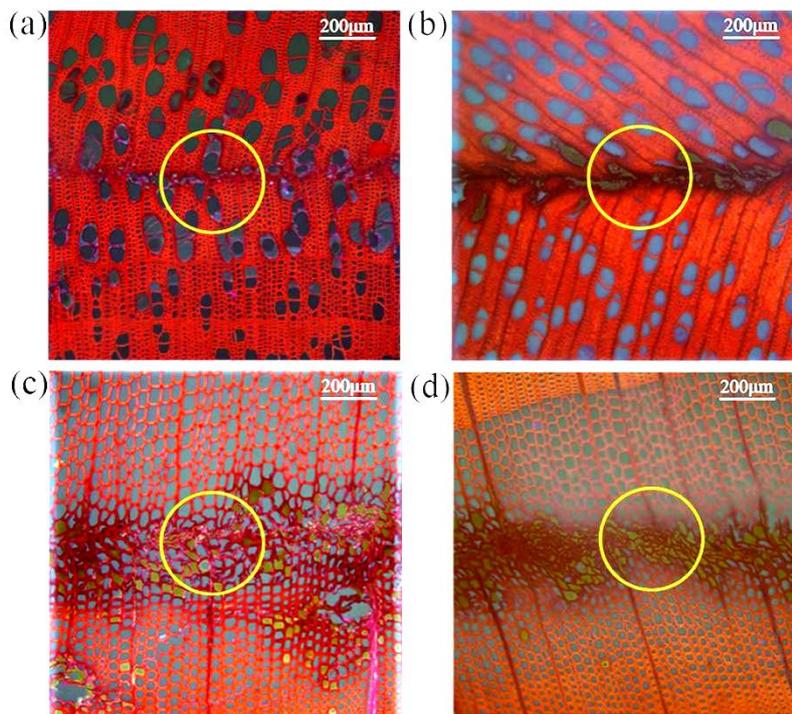


Fig. 2 : Micrographs of (a) untreated Poplar LVL bonding interphase compared with (b) treated one. Micrographs of (c) untreated Masson pine LVL compared with (d) treated one.

The continuous aggregation behavior of PF adhesive was a remarkable finding with application of HVEF from the fluorescence micrograph in Figure 2(b) and (d). The average depth of penetration was around $200 \mu\text{m}$ with adhesive orderly filled with vessels of Poplar and lumina of tracheids along the bonding interphase in Masson pine.

The bonding strength was significantly increased with HVEF treatment in Table 1, which can be attributed to more reaction sites involved in interphase and much adhesive aggregating along the bonding line. The average value increased by 30.25% and 43.83% for Poplar and Masson pine specimens, respectively. Wood failure ratio was increased as well with average value increased by 41.67% and 38.46%, respectively.

Tab. 1 : Compression bonding strength of LVL.

Species	Properties	Untreated	Treated
Poplar	Bonding strength (MPa)	6.48 (0.50)	8.44 (1.12)
	Wood failure ratio (%)	60 (4.54)	85 (4.50)
Masson pine	Bonding strength (MPa)	5.43 (0.67)	7.81 (0.43)
	Wood failure ratio (%)	65 (3.50)	90 (4.50)

Mechanical properties are displayed in Table 2, which indicates that the increased bonding strength stemming from aggregate adhesive and increased density of bonding line brought an enhancement on mechanical property of LVL. The average value of horizon shear strength (\parallel and \perp), modulus of elasticity and static bending strength for Poplar LVL was significantly enhanced by 14.65%, 10.68%, 20.67% and 12.34%, respectively. and that of Masson pine LVL by 17.30%, 13.93%, 18.55% and 12.72%, respectively. This owed to increased shear failure strength and mechanical properties highly affected by bonding property.

Tab. 2 : Mechanical properties of LVL.

Species	Properties	Untreated	Treated
Poplar	Horizon shear strength (\parallel , MPa)	5.12 (0.21)	5.87 (0.33)
	Horizon shear strength (\perp , MPa)	4.59 (0.24)	5.08 (0.29)
	Modulus of elasticity (\perp , GPa)	10.11 (0.78)	12.20 (0.99)
	Static bending strength (\perp , MPa)	38.16 (1.08)	42.87 (1.19)
Masson pine	Horizon shear strength (\parallel , MPa)	5.49 (0.18)	6.44 (0.22)
	Horizon shear strength (\perp , MPa)	4.88 (0.19)	5.56 (0.26)
	Modulus of elasticity (\perp , GPa)	11.43 (0.77)	13.55 (0.89)
	Static bending strength (\perp , MPa)	43.57 (0.82)	49.11 (0.88)

Conclusions

HVEF treatment has a significant influence on mechanical performance of LVL by taking most advantage of wood material. Improved wood surface characteristic and the aggregate adhesive along the bonding interphase with penetration depth around 200 μm was discovered which contributed to higher density of bonding line than the control and more crosslinking reaction of PF. Eventually, increased bonding strength brought an enhancement on mechanical property of LVL.

Acknowledgments

The authors are grateful for the funding from the National Key R&D Program of China [grant numbers: 2017YFC0703501]. The study was also supported by the Doctorate Fellowship Foundation of Nanjing Forestry University, the Postgraduate Research & Practice Innovation Program of Jiangsu Province [grant numbers: KYCX18_0962], the project funded by the National First-class Disciplines and the Priority Academic Program Development of Jiangsu Higher Education Institutions (PAPD). LERMAB is supported by the French National Research Agency through the Laboratory of Excellence ARBRE (ANR-12-LABXARBRE-01). The first author also obtained the grand from the China Scholarship Council.

References

- Kilic A., Shim E., & Pourdeyhimi B. (2015) Measuring electrostatic properties of fibrous materials: A review and a modified surface potential decay technique. *Journal of Electrostatics*, 74: 21-26, 2015.
- Kobel P., Frangi A., & Steiger R. (2016) Timber trusses made of European beech LVL. In *World Conference on Timber Engineering*.

C06 : Composition chimique et structure moléculaire des hémicelluloses d'*Aucoumea Klaineana* Pierre : valorisation des rejets d'aubier et de du cœur de déroulage par explosion de vapeur.

MOUGNALA MOUKAGNI Errol^{1,2,3}, SAFOU TCHIAMA Rodrigue^{2,3}, ZIEGLER-DEVIN Isabelle¹, BIKANGA Raphael², BROSSE Nicolas¹

¹Laboratoire d'Etudes et de Recherche sur le Matériau Bois (LERMAB), Faculté des Sciences et Technologies, Université de Lorraine, Boulevard des Aiguillettes, 54500 Vandœuvre-lès-Nancy, France

²Laboratoire des Substances Naturelles et de Synthèse organométalliques. Unité de Recherche en Chimie. Université des Sciences et Techniques de Masuku. BP. 941 Franceville, Gabon

³Laboratoire de Recherche et de Valorisation du Matériau Bois (LaReVa Bois), Ecole Normale Supérieure d'Enseignement Technique. BP. 3989 Libreville, Gabon.

errol.mougnala-moukagni@univ-lorraine.fr

Mots clefs : *Aucoumea Klaineana* Pierre, Explosion à la vapeur, Hemicelluloses.

Contexte et Objectifs

Le développement et l'élargissement des récentes opérations de sciage et de déroulage du bois d'*Aucoumea klaineana* Pierre (Okoumé) génèrent depuis plusieurs années au Gabon, des grandes quantités de coproduits faiblement valorisés. À l'exception de la production artisanale séculaire de charbon de bois à partir de déchets d'Okoumé, les initiatives locales de valorisation innovante des dosses, de cœur de déroulage des grumes et de sciure de bois sont très peu développées au Gabon. Cependant, les fibres de cellulose d'Okoumé modifiées à l'anhydride succinique présentent une faible réduction de leur index de cristallinité, ce qui confirme la stabilité supramoléculaire du bois d'Okoumé estérifiées par cet ester cyclique (Safou-Tchiama et al., 2005). Plus récemment, le test de stiasny a montré que le bois d'Okoumé présente une bonne réactivité avec le formaldéhyde, et révèle une possible valorisation des tanins d'Okoumé pour la production des adhésifs verts (Engozogho Anris et al., 2019). Aussi les travaux de Ngwa Obame et al (2019) montrent une valorisation possible des déchets de ce bois par la production de bioéthanol cellulosique via un prétraitement par explosion à la vapeur. Bien que la cellulose, la lignine et les tanins condensés de l'Okoumé aient fait l'objet de nombreux travaux en matière d'évaluations chimiques, les hémicelluloses de l'okoumé restent mal connues. L'objectif est donc d'étudier la fraction hémicellulosique de ce bois pour une valorisation en bioraffineries.

Matériel et Méthodes

Les travaux ont été réalisés sur l'aubier d'Okoumé. Après extraction au soxhlet par un mélange toluène/méthanol/acétone (4v/1v/1v) et une délignification au chlorite de sodium, les hémicelluloses du bois d'Okoumé ont été extraites par deux méthodes. La première a été effectuée par le diméthylsulfoxyde (DMSO) à 60%, alors que la deuxième a été réalisée par

explosion de vapeur sur 50g d'hollocellulose d'Okoumé, préalablement séchées et imprégnés au ratio 1/7 (w/v) dans l'eau distillée. Pour le procédé par explosion à la vapeur, La sciure est traitée avec de la vapeur à 170°C pendant 10 minutes avant la décharge explosion. La suspension est récupérée, filtrée. Les hémicelluloses sont récupérées par précipitation par ajout de 4 volumes d'éthanol puis dialysée et lyophilisée.

Résultats

Les résultats obtenus ont montré une prédominance du xylose suivi du glucose et du mannose dans les extraits issus de l'explosion à la vapeur, alors que les extraits issus du DMSO sont majoritairement constitués du glucose suivi du xylose et du mannose (Tab.1). L'explosion à la vapeur a produit des hémicelluloses de poids moléculaire plus faible 22816 Da, contre 29752 Da pour les extraits au DMSO. Les analyses RMN 2D HSQC et IRTF ont permis d'identifier le squelette principal de xylopyranosyl et de l'acide 4-O-méthylglucuronique, ainsi que les résidus de mannosyl et de glucosyl. La présence du groupement acétyle a également été notée (Fig.1.2.3).

Tab. 1 : Composition en sucres des hémicelluloses

Milieux	Fuc	Rha	Ara	Gal	Glu	Xyl	Man	Ac. Gal	Ac. Glu
									(%)
NaClO ₂ /SE	n.a	2,09±0,40	0,62±0,01	5,27±0,30	21,84±1,23	59,09±1,04	8,34±1,38	6,86±0,35	0,88±0,10
NaClO ₂ /DMSO	0,58±00	0,79±0,01	1,13±0,01	2,29±0,06	42,11±0,56	24,69±0,06	26,21±0,57	1,62±0,03	0,57±0,03

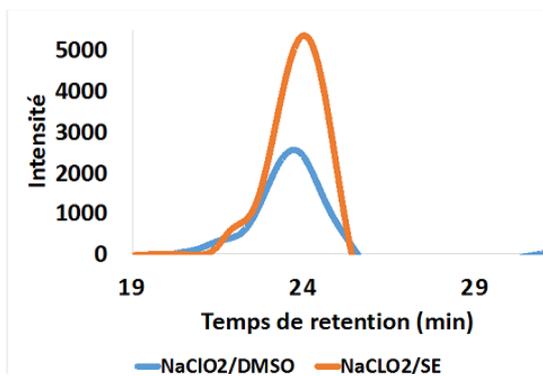


Fig.1 : Distribution de masses

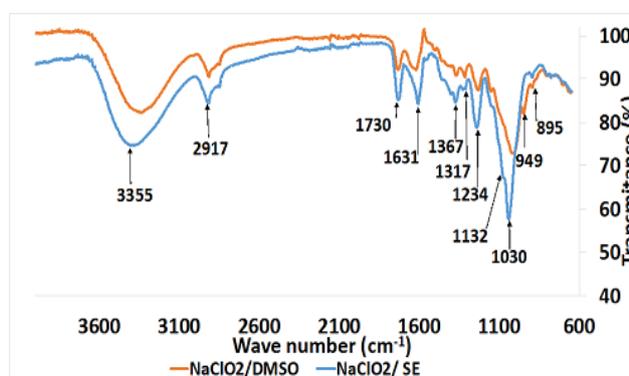


Fig.2 : Analyse IRTF

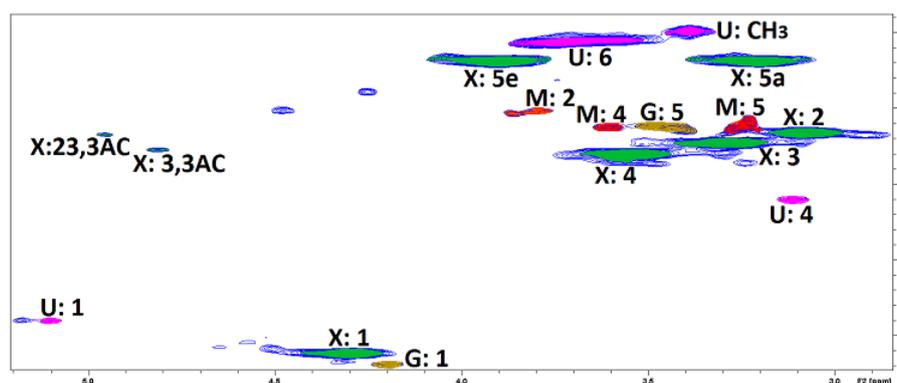


Fig. 3: RMN 2D HSQC des hémicelluloses extraites au DMSO : X: xylose; M: mannose; G: glucose; U: 4-O-méthyle- α -D- glucuronique; AC: acéthyle.

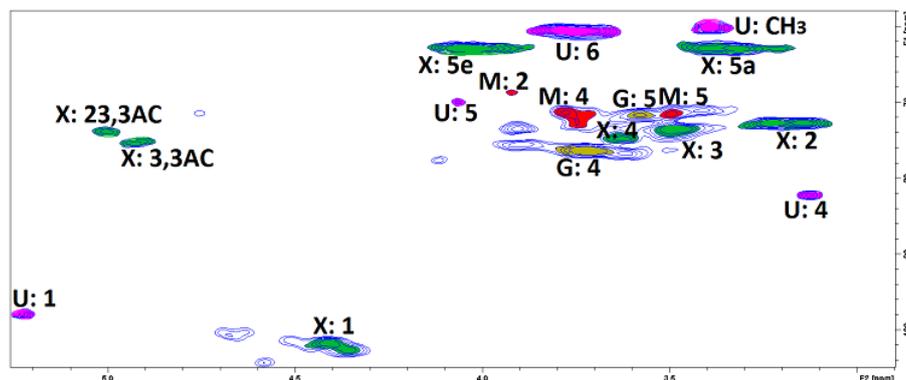


Fig. 4: RMN 2D HSQC des hémicelluloses extraites par explosion à la vapeur : X: xylose; M: mannose; G: glucose; U: 4-O-méthyle- α -D-glucuronique; AC: acéthyle.

Conclusion et perspectives

Les résultats obtenus révèlent un mélange de glucuronoxylane acétylé et de glucomannane, et que la taille des hémicelluloses dépend du procédé d'extraction. Ainsi, la mise en œuvre d'analyses plus poussées basées sur les réactions de méthylation/perméthylation, et de (Maldi-Tof) aideraient à une analyse plus exhaustive de la nature des sucres constitutifs des oligosaccharides de nos hémicelluloses.

Remerciements

Nos remerciements vont à l'endroit de l'Agence Nationale des Bourses du Gabon (ANBG), de l'Université de Lorraine et du LERMAB pour leur soutien financier et matériel.

Références

- Engozogho Anris S.P., Bikoro Bi Athomo A., Vidal M., Denaud L., Safou Tchiama R., Charrier Bertrand. (2019) Extraction and Characterization of *Aucoumea klaineana* Pierre (Okoume) Extractives, Tech Science Press. 8, 6, 517-522.
- Ngwa Obame S., Ziegler-Devin I., Safou-Tchiama R., Brosse N. (2019) Homolytic and Heterolytic Cleavage of β -Esther likages in hardwood lignin by steam Explosion, J. Agric. Food Chem. 67, 5989-5996.
- Safou-Tchiama R. (2005) Caractérisation physico-chimique, stabilité supramoléculaire et réactivité chimique de quelques essences tropicales. Thèse de Doctorat No 3095. Université de Bordeaux 1, France.

C07 : Une nouvelle voie de valorisation des hémicelluloses du hêtre – synthèse de tensio-actifs et gélifiants à base de xylose –

VEROVE Clémentine¹, CHAPUIS Hubert¹, MARCHAL Philippe², GERARDIN-
CHARBONNIER Christine¹

¹ Laboratoire d'Etudes et de Recherche sur le Matériau Bois (LERMAB), EA 4370 – USC
INRA, Université de Lorraine, Faculté des Sciences et Techniques, BP 70239, 54506
Vandœuvre-lès-Nancy cedex, France)

² Laboratoire Réactions et Génie des Procédés (LRGP), Université de Lorraine, ENSIC,
CNRS UMR 7274, 54000 Nancy, France
clementine.verove@univ-lorraine.fr

Mots clés : xylose ; biomasse lignocellulosique ; amphiphiles biosourcés ; tensio-actifs ;
gélifiants

Contexte et objectifs

Depuis quelques décennies, le domaine de la chimie se tourne vers l'utilisation de molécules issues de ressources renouvelables afin de remplacer les composés pétrosourcés, issus de ressources fossiles. Par ailleurs, les composés biosourcés font actuellement l'objet de nombreuses études. En effet, l'introduction de motifs structuraux biosourcés tend à améliorer la biodégradabilité et la biocompatibilité des composés ayant des applications cosmétiques, pharmaceutiques, etc (Deleu (2011), Clemente (2011)).

Si l'attention s'est d'abord portée sur les ressources agricoles, elle se tourne à l'heure actuelle vers la biomasse lignocellulosique, et plus particulièrement le bois, ressource qui n'est pas en compétition avec le domaine de l'agroalimentaire.

Nos travaux portent, dans ce contexte, sur la valorisation des coproduits de l'industrie de première transformation du bois de feuillus et plus précisément celle du Hêtre. Cette essence, prédominante dans le Nord-Est de la France (IFN (2010)) et dans les régions et pays frontaliers, a la particularité d'être constituée d'hémicelluloses riches en xylose. Cette étude vise à l'utilisation de ce sucre en tant que molécule plateforme pour concevoir des composés amphiphiles bi- et trimodulaires tensio-actifs et/ou gélifiants.

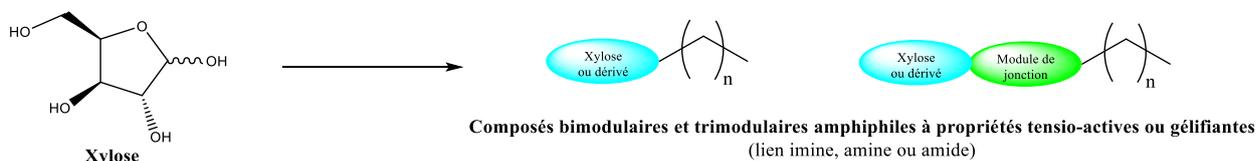


Fig. 1 : Composés cibles

Ces travaux s'inscrivent dans un effort global de recherche d'alternative à la pétrochimie dans les domaines de la cosmétique, détergence, etc.

Résultats et discussion

Une gamme de composés bimodulaires a été synthétisée à partir du xylose en couplant à ce sucre des amines grasses à longueur de chaîne carbonée variant de 8 à 18 carbones.

Cette voie de synthèse a été développée en essayant de réduire l'impact environnemental du procédé, i.e. en respectant au mieux les principes de la chimie verte. Les synthèses ont donc été réalisées dans des solvants dits verts (selon la classification de Pfizer (Byrne (2016))), à température ambiante dans la mesure du possible, en limitant l'utilisation d'auxiliaires de réaction et les étapes d'extraction et de purification. Cette voie a conduit à l'obtention d'une gamme de composés bimodulaires à lien amine possédant des propriétés tensio-actives, moussantes et gélifiantes, dépendantes de la longueur de la chaîne carbonée.

Tous les composés synthétisés sont tensio-actifs. À la concentration agrégative critique (CAC), les composés en C12 à C18 permettent d'abaisser la tension interfaciale eau/air de $\gamma = 72$ mN/m à des valeurs comprises entre 30 et 35 mN/m. En ce qui concerne les propriétés gélifiantes, les bimodules en C14, C16 et C18 permettent d'obtenir des hydrogels à des concentrations massiques inférieures à 1%. La température de dégelification augmente avec la longueur de la chaîne grasse et les analyses rhéologiques montrent que ces gels sont thermoréversibles et thixotropes.

Les propriétés moussantes, observées pour tous les composés, sont en cours de caractérisation.

Conclusions et perspectives

Les composés à base de xylose, synthétisés efficacement par des méthodes respectueuses de l'environnement, présentent des propriétés tensio-actives, moussantes et gélifiantes. Les propriétés tensio-actives sont comparables à celles observées pour des tensio-actifs non ioniques commerciaux (Triton X-100, $\gamma_{CAC} = 40,1$ mN/m) utilisés à l'heure actuelle dans de nombreux domaines tels que la cosmétique. Les propriétés moussantes seront caractérisées selon les normes ISO en vigueur. En ce qui concerne les propriétés gélifiantes, des tests sont en cours dans divers solvants organiques ainsi que dans des huiles et phases grasses polaires afin de déterminer leur potentiel dans des applications cosmétiques ou détergents.

Par la suite, l'extension de cette stratégie à l'utilisation de lactones (obtenues par oxydation du xylose) et/ou à l'introduction d'un acide aminé en tant que module de jonction permettra de moduler les propriétés physicochimiques et d'introduire d'autres propriétés fonctionnelles.

Références

- Byrne, FP et al. (2016) Tools and techniques for solvent selection: green solvent selection guides, Sustainable Chemical Processes, 4 (1)
- Clemente MJ. Et al. (2011) Synthesis and characterization of maltose-based amphiphiles as supramolecular hydrogelators, Langmuir, 27, 15236-15247
- Deleu M. et al. (2011) Synthesis and physico-chemical characterization of bolaamphiphiles derived from alkenyl D-xylosides, New J. Chem., 35, 2258-2266
- IFN, La Forêt Française-Les Résultats Pour La Région Lorraine (2010)

C08 : Conception de nouveaux gélifiants biosourcés de faible poids moléculaires dérivés de polyols en C6 issus du bois

ZANG ONDO Cherryl Mirabelle¹, CHAPUIS Hubert¹, MARCHAL Philippe², GERARDIN-CHARBONNIER Christine¹

¹ Laboratoire d'Etudes et de Recherche sur le Matériau Bois (LERMAB), EA 4370- USC INRA, Université de Lorraine, Faculté des Sciences et Technologies, BP 70 239, 54506 Vandœuvre-Lès-Nancy cedex, France

² Laboratoire Réaction et Génie des Procédés (LRGP), UMR 7274 CNRS, Université de Lorraine, École Nationale Supérieure des Industries Chimiques (ENSIC), BP 20451, 54001 Nancy

cherryl-mirabelle.zang-ondo@univ-lorraine.fr

Mots clés : Biomasse ligno-cellulosique ; Glucose ; acides aminés ; Amphiphiles trimodulaires biosourcés ; Gels supramoléculaires, bio-économie, économie circulaire.

Contexte et objectif

La biomasse est considérée comme l'une des principales ressources en énergie renouvelable pour notre société en raison de son potentiel élevé, de ses nombreux avantages sociétaux et environnementaux (Bodachivskyi et al 2018, Zhihao et al 2019). De plus, l'épuisement des réserves de pétrole facilement accessibles a stimulé la recherche de sources alternatives. Ainsi l'utilisation de matières premières d'origine renouvelable apparaît comme digne d'intérêt dans la mesure où la biomasse ligno-cellulosique issue du bois, en particulier, constitue une source de carbone renouvelable particulièrement abondante sur Terre et dont l'action ne rentre pas en compétition avec les ressources agro-alimentaires. Par ailleurs son utilisation rentre dans le cas de l'un des défis actuels en chimie qui est le développement de composés plus respectueux de l'environnement et de la santé.

Ainsi, l'objectif de ce projet est de concevoir des composés amphiphiles gélifiants à base de glucose ou de dérivés biocompatibles et biodégradables tout en valorisant les sous-produits de l'industrie de première transformation issue du bois (Alliot, 1999).

Nous nous sommes plus particulièrement intéressés au design et à la synthèse de molécules gélifiantes de faible poids moléculaire permettant d'obtenir des gels supramoléculaires issues exclusivement de matières premières renouvelables. Il s'agit d'obtenir des composés capables d'emprisonner de l'eau (hydrogélifiants) ou d'autres solvants (organogélifiants) et pouvant trouver des applications dans différents domaines tels que la pharmacie, la cosmétique, etc. Ces gels supramoléculaires issus de petites molécules constituent aujourd'hui un domaine en pleine expansion et différent des gels obtenus à partir de polymères en raison de leur processus de gélification mis en jeu qui ne requiert aucun agent réticulant toxique. De plus ces matériaux sont stimuli-sensibles, réversibles, et sont capables de s'auto-assembler via des interactions faibles (liaison hydrogène, interaction hydrophobe, interaction de Van Der Waals).

Matériel et méthodes

Les molécules ciblées par nos travaux sont des composés trimodulaires constitués :

- d'un sucre en C6 ou un de ses dérivés obtenus à partir de la biomasse ligno-cellulosique, en tant que tête polaire ou module de jonction
- d'un acide aminé fonctionnel tel que la lysine, la glycine ou la phénylalanine utilisé comme module de jonction,
- d'une chaîne grasse (acide gras, amine grasse) issu des huiles végétales, en tant que module hydrophobe.

La stratégie permettant d'obtenir ces composés est dite « synthèse modulaire ». Elle consiste à préparer indépendamment les modules hydrophiles et hydrophobes pour ensuite les assembler. La première étape consiste à préparer un bimodule hydrophobe, suivi par le greffage du glucose et/ou de la gluconolactone obtenu par l'intermédiaire de réactions d'amination réductrice et de transamidation.

La synthèse des trimodules à base de Lysine et de glycine a été réalisée via des méthodes directes sans utilisation d'agents de couplage ni méthodes de protection/déprotection.

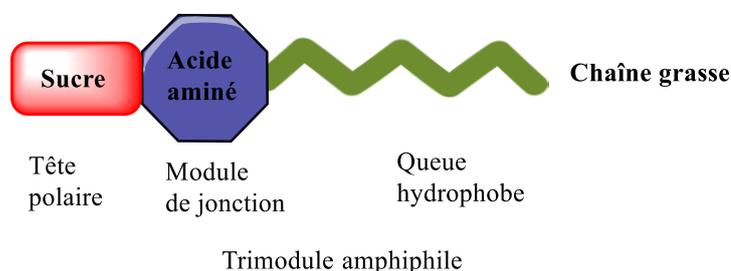


Fig. 1 : Structure générales des molécules gélifiantes visées.

Résultats

La stratégie de synthèse adoptée s'est relevée efficace pour les types de trimodules désirés, et les produits ont été obtenus avec de bons rendements (entre 80 et 95%). Les propriétés gélifiantes de chacun des composés ont été déterminées. Ainsi nous sommes à la phase caractérisation des composés afin de déterminer les propriétés des gels obtenus.

Remerciements

Les auteurs remercient l'Agence Nationale des Bourses du Gabon (ANBG)

Références

Bodachivskyi, U. Kuzhiumparambil, D.B.G. Williams, (2018) Acid-catalyzed conversion of carbohydrates into value-added small molecules in aqueous media and ionic li-uids, ChemSusChem 11, 642–660.

Zhihao Y., Xuebin L., Chen L., Yiwen H., NaJi, (2019) Synthesis of γ -valerolactone from different biomass-derived feedstocks:Recent advances on reaction mechanisms and catalytic systems Renewable and Sustainable Energy Reviews 112, 140–157.

Alliot V., (1999) thèse de l'Université Henri Poincare, Nancy 1 « Des molécules de la biomasse vers des tensioactifs trimodulaires originaux », 1-160.

C09 : Packaging 4D Xylosourcé pour la Cosmétique

MORALES Daniela V.¹, NOUVEL Cécile², GERARDIN Philippe¹, HOPPE Sandrine², OBOUNOU AKONG Firmin¹, CHAPUIS Hubert¹, BOUDAUD Hakim³, GEORGES Beatrice¹, MOREL Laure³, MASSON Eric⁴, GERARDIN-CHARBONNIER Christine¹

¹Laboratoire d'Etudes et de Recherche sur le Matériau bois (LERMAB), Faculté des sciences et Technologies, Université de Lorraine, Campus Aiguillettes - BP 70239 - 54506 Vandoeuvre-lès Nancy Cedex, France

²Laboratoire Réactions et Génie des Procédés (LRGP), CNRS/UMR-7274-Université de Lorraine, ENSIC- 1 rue Grandville, BP 20451- 54001, Nancy Cedex, France.

³Equipe de Recherche sur les Processus Innovatifs (ERPI), Université de Lorraine, ENSGSI - 8, rue Bastien Lepage BP 90647 - 54010 Nancy Cedex, France.

⁴Centre Régional d'Innovation et de Transferts Technologiques des Industries du Bois (CRITTBOIS), 27 rue Philippe Séguin BP 91067 - 88051 Epinal, Cedex 9, France.

daniela.dessart@univ-lorraine.fr

Mots clés : Matériaux innovants ; biomasse lignocellulosique ; industrie du bois ; ressources et environnement ; éco-conception ; économie circulaire ; recyclage et valorisation.

Introduction

Au cours des dernières décennies et jusqu'à nos jours, le pétrole a été la principale source d'un large éventail des composés chimiques et blocs de construction pour l'industrie. Cependant, l'utilisation de composés d'origine fossile est source de grandes quantités de CO₂ devenant ainsi le principal responsable de la contamination de la planète et de l'effet de serre.¹ Aujourd'hui, il existe une forte demande et une pénurie des ressources pétrochimiques, ainsi qu'une disponibilité et des prix fluctuants.² Compte tenu de ces différents éléments, il devient indispensable de concentrer notre intérêt et nos investissements dans les technologies innovantes pour remplacer les composés pétrochimiques par des sources de matières premières durables et renouvelables. De plus, les industries et les consommateurs manifestent un intérêt accru pour l'utilisation de molécules d'origine naturelle en remplacement des produits de synthèse.³ Dans ce contexte, la biomasse forestière apparaît comme une bonne alternative pour remplacer les produits d'origine pétrochimique de par sa grande disponibilité et son origine naturelle qui lui confèrent une connotation verte ; de plus son utilisation n'entre pas en compétition avec les ressources alimentaires.⁴⁻⁶

Par ailleurs, l'impression 3D par prototypage rapide ou par fabrication additive permettant de concevoir un objet solide à partir d'un modèle numérique est en plein essor dans l'industrie ces dernières années.⁷ Ainsi, l'industrie cosmétique est fortement intéressée notamment pour tout ce qui concerne ses emballages.

L'acide poly lactique (PLA) est l'un des matériaux d'impression 3D les plus couramment utilisés. C'est un polymère à base de ressources naturelles obtenu par polymérisation d'acide lactique qui lui-même obtenu par fermentation des sucres ou d'amidon. En plus de son caractère écologique il présente une bonne stabilité dimensionnelle. Cependant, son principal inconvénient est son instabilité à la chaleur (des 60°C), et à l'humidité ainsi que sa faible barrière à l'eau. Pour pallier ces inconvénients, l'objectif de ce projet est d'une part de concevoir un packaging bio-sourcé, conçu à partir de filaments thermoplastiques associant polymère type PLA avec de sous-produits de l'industrie de la première transformation du bois tels que le bois

⁸ (sciure, dosses, délignures, ...) ou encore les tanins⁹⁻¹³ ou les composés polyphénoliques extraits de ces co-produits^{9,14-16}, ce qui pourrait permettre de consolider le matériau final.

D'autre part il s'agit d'obtenir un packaging imprimé en 3D possédant des propriétés d'usage apportées, soit par la biomasse native, telles qu'anti-oxydantes et/ou antifongiques, et/ou antibactériennes ou anti-UV, ou soit par la biomasse fonctionnalisée ; cette fonctionnalisation devrait permettre de diminuer le nombre d'ingrédients (tels que les conservateurs, ...) dans la formulation cosmétique.

L'un des verrous technologiques est donc de modifier le bois ou les extractibles types tanins ou polyphénols afin d'augmenter leur compatibilité avec le polymère thermoplastique pour augmenter la teneur en biomasse dans le matériau final mais également pour éviter leur diffusion vers la formulation cosmétique contenue dans le récipient obtenu par impression 3D.

Objectifs

L'objectif principal de cette recherche est :

- d'augmenter la biomasse de bois dans les formulations de polymères pour la technologie d'impression 3D afin d'obtenir un matériau biosourcé offrant une plus grande stabilité à la chaleur et à l'hydrolyse de l'acide polylactique.
- de fonctionnaliser le matériau pour augmenter la compatibilité et la thermoplasticité du matériau final mais également pour fonctionnaliser et apporter des propriétés supplémentaires que nous appelons la 4^{ème} dimension (propriétés antioxydantes, antifongiques, antibactériennes et anti-UV).

Méthodologie

Deux voies sont envisagées pour augmenter la compatibilité biomasse lignocellulosique et PLA et concevoir un filament thermoplastique fonctionnel à base de bois ou de dérivés du bois (Fig. 1)

(1) Modifier chimiquement le bois ou des tanins ou des extractibles polyphénoliques du bois pour optimiser l'interface et la compatibilité entre ceux-ci et le PLA et augmenter ainsi la proportion de biomasse lignocellulosique mais aussi apporter des propriétés antibactériennes, antifongiques, ou encore anti-oxydantes

(2) Modifier chimiquement des tannins ou des extractibles du bois de type acide phénolique pour obtenir un co-monomère de type acrylique afin d'associer la matrice du PLA pour renforcer sa stabilité et diminuer la quantité du polymère d'origine synthétique.

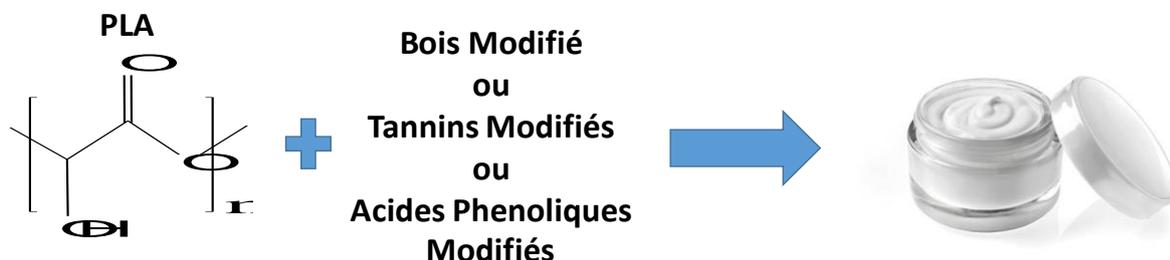


Fig 1 : Schéma de préparation du packaging 4D Xylosourcé

Résultats

Les premiers essais d'association bois ou tannin et PLA ont été amorcés pour déterminer la proportion maximale en biomasse incorporable au sein du composite. La modification du bois

et des tanins est en cours également afin de comparer ensuite l'amélioration de cette modification vis-à-vis de l'incorporation avec le PLA. Les premiers essais correspondent au greffage de chaînes hydrocarbonées de longueur variable. Sur la fig. 2, nous pouvons voir un exemple de modification du bois.

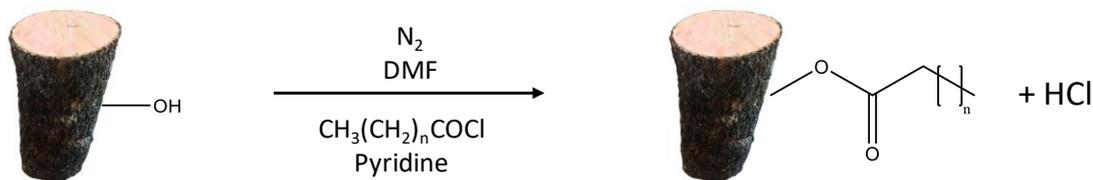


Fig. 2 : Acylation du bois avec un chlorure d'acide gras

Conclusions et Perspectives

De cette manière, il est possible d'obtenir un packaging issu de matériaux bio-sourcés, permettant, d'une part de conditionner les formulations cosmétiques dans un emballage 100% bio-sourcé et avec un rendu mettant en valeur le produit, d'autre part de simplifier les formulations cosmétiques en diminuant le nombre d'ingrédients de type conservateurs, antioxydants, ... qui sont classiquement présents pour protéger la formulation, et ceci, grâce aux propriétés d'usage apportées par le contenant. Par ailleurs, cela permet de donner une importante valeur ajoutée à la biomasse forestière via la valorisation des co-produits de l'industrie du bois. Nous envisageons d'étendre le procédé à l'incorporation d'extractibles du bois modifiés avec des greffons permettant d'améliorer la compatibilité avec le PLA mais également d'apporter des propriétés supplémentaires au matériau final.

Remerciements

Le LERMAB bénéficie d'une aide de l'Etat gérée par l'Agence Nationale de la Recherche au titre du programme Investissements d'avenir portant la référence n° ANR-11-LABX-0002-01 (Laboratoire d'Excellence ARBRE). Les auteurs remercient le pôle EMPP de l'Université de Lorraine pour le financement de ce projet.

Références

- Liu, G.; Wu, M.; Jia, F.; Yue, Q.; Wang, H. 2019 "Material Flow Analysis and Spatial Pattern Analysis of Petroleum Products Consumption and Petroleum-Related CO₂ Emissions in China during 1995 and 2017", *J. Clean. Prod.*, 209, 40–52.
- Ederington, L. H.; Fernando, C. S.; Hoelscher, S. A.; Lee, T. K.; Linn, S. C. 2019 "Characteristics of Petroleum Product Prices: A Survey ☆". *J. Commod. Mark.*, 14, 1–15.
- Corma, A.; Iborra, S.; Velty, A. 2007 "Chemical Routes for the Transformation of Biomass into Chemicals"
- Isikgor, F. H.; Becer, C. R. 2015 "Polymer Chemistry the Production of Bio-Based Chemicals and Polymers", 4497–4559.
- Espro, C.; Mauriello, F. 2019 "Catalytic Processes for The Valorization of Biomass Derived Molecules. *Catalysts*", 9 (674), 1–4.
- Hara, M.; Nakajima, K.; Kamata, K.; Hara, M.; Nakajima, K.; Kamata, K. 2015 "Recent Progress in the Development of Solid Catalysts for Biomass Conversion into High Value-Added Chemicals Recent Progress in the Development of Solid Catalysts for Biomass Conversion into High Value-Added Chemicals". *Sci. Technol. Adv. Mater.*, 16 (3), 1–22.

Henke, K.; Treml, S. 2013 “Wood Based Bulk Material in 3D Printing Processes for Applications in Construction”, 2, 139–141.

Huda, M. S.; Drzal, L. T.; Misra, M.; Mohanty, A. K. 2006 “Wood-Fiber-Reinforced Poly (Lactic Acid) Composites : Evaluation of the Physicomechanical and Morphological Properties”. *J. Appl. Polym. Sci.*, 102, 4856–4869.

Naima, R.; Oumam, M.; Hannache, H.; Sesbou, A.; Charrier, B.; Pizzi, A.; El, F. C. 2015 “Comparison of the Impact of Different Extraction Methods on Polyphenols Yields and Tannins Extracted from Moroccan Acacia Mollissima Barks”. *Ind. Crop. Prod.*, 70, 245–252.

Limaye, M. V.; Schütz, C.; Kriechbaum, K.; Wohlert, J.; Bacsik, Z.; Wohlert, M.; Xia, W.; Pléa, M.; Dembele, C.; Salazar-alvarez, G.; 2019 “Functionalization and Patterning of Nanocellulose Films by Surface-Bound Nanoparticles of Hydrolyzable Tannins and Multivalent Metal Ions[†]”. *Nanoscale*.

Markom, M.; Hasan, M.; Ramli, W.; Daud, W.; Singh, H.; Jahim, J. 2007 “Extraction of Hydrolysable Tannins from *Phyllanthus Niruri* Linn.: Effects of Solvents and Extraction Methods”. *Sep. Purif. Technol.*, 52, 487–496.

Olchowik-grabarek, E.; Mavlyanov, S.; Abdullajanova, N.; Gieniusz, R. 2001 “Specificity of Hydrolysable Tannins from *Rhus Typhina* L. to Oxidants in Cell and Cell-Free Models”. *Appl. Biochem. Biotechnol.*

Luo, H.; Li, W.; Zhang, X.; Deng, S.; Xu, Q.; Hou, T.; Pang, X. 2019 “In Planta High Levels of Hydrolysable Tannins Inhibit Peroxidase Mediated Anthocyanin Degradation and Maintain Abaxially Red Leaves of *Excoecaria Cochinchinensis*”. *BMC Plant Biol.*, 1–20.

Liu, X.; Yan, X.; Bi, J.; Wu, X.; Liu, J.; Zhou, M. 2019 “Identification of Phenolic Compounds and Antioxidant Activity of Guava Dehydrated by Different Drying Methods Dehydrated by Different Drying Methods”. *Dry. Technol.*, 0 (0), 1–14.

Saffarzadeh-Matin, S.; Khosrowshahi, F. M. 2017 “Phenolic Compounds Extraction from Iranian Pomegranate (*Punica Granatum*) Industrial Waste Applicable to Pilot Plant Scale”. *Ind. Crop. Prod.*, 108, 583–597.

Solari-Godino, A.; Lindo-Rojas, I.; Pandia-estrada, S. 2017 “Determination of Phenolic Compounds and Evaluation of Antioxidant Capacity of Two Grapes Residues (*Vitis Vinifera*) of Varieties Dried : Quebranta (Red) and Torontel (White)”. *Cogent Food Agric.*, 46 (1), 1–11.

C10 : Pour une valorisation optimisée de la biomasse forestière tenant compte de la variabilité de la masse volumique du bois dans l'arbre : cas du sapin pectiné

BILLARD Antoine¹, COLIN Francis¹, MOTHE Frédéric¹, BAUER Rodolphe¹,
LONGUETAUD Fleur¹

¹ Université de Lorraine, AgroParisTech, Inra, F-54000 Nancy, France
antoine.billard@inra.fr

Mots clés : Infradensité ; *Abies alba* ; Compartiments ; Ressource.

Contexte

Pour limiter le changement climatique et à cause de la raréfaction des ressources, nous cherchons à réduire notre empreinte carbone. Pour évaluer la quantité de carbone stockée en forêt, nous avons besoin d'une connaissance précise de la ressource en biomasse, forestière dont une composante majeure est la biomasse aérienne ligneuse. En parallèle, une forte pression s'exerce sur cette ressource : le bois est un matériau écologique pour la construction, l'ameublement et la papeterie. Il est une solution face à la recherche d'énergies renouvelables et enfin, il contient une quantité importante d'extractibles (molécules d'intérêts) utilisables en chimie verte (Kebbi-Benkeder, 2017). De plus, les rémanents, branches et restes de troncs, sont une source de bois non valorisée. Même s'ils doivent en partie rester en forêt pour régénérer les sols, une partie pourrait être utilisée en chimie ou en énergie. Notre hypothèse est qu'une estimation de la biomasse forestière précise et détaillée tenant compte des spécificités de chaque filière peut être obtenue en analysant la répartition de la biomasse dans les différents compartiments de l'arbre.

Objectifs

L'objectif est de déterminer la masse volumique de différents compartiments de l'arbre : tronc, branches, écorce et nœuds. Actuellement, les masses volumiques utilisées proviennent de bases de données qui fournissent des valeurs moyennes par essences et qui peuvent être critiquables sur certains points (échantillonnage réduit et souvent ancien, mesures généralement réalisées à 1,30 m, séchage insuffisant des échantillons, densité moyenne mesurée sur des carottes sans pondération pour la variabilité radiale. Pour plus de détails se référer à Williamson and Wiemann, 2010). Dans ces bases les différents compartiments ne sont pas distingués. Il s'agira de :

- Caractériser la variation de masse volumique aux niveaux intra espèces
- Affiner le calcul du stockage de carbone à travers la quantité de biomasse
- Quantifier la ressource en extractibles (molécules d'intérêts) disponible dans les forêts du Nord Est de la France (projet EXTRAFOREST : <https://www6.inra.fr/extraforest>)
- Etablir un guide pour chaque essence avec les différents débouchés possibles pour chaque compartiment selon ses propriétés (masse volumique, extractibles, pouvoir calorifique inférieur...)

Matériel

Les sapins proviennent de la forêt de Saint-Prix en Saône et Loire (71). Nous avons choisi huit arbres dont quatre dans une placette « témoin » où il n'y a eu aucune intervention et quatre autres ayant subi une sylviculture « dynamique » (éclaircies très fortes). Nous avons choisi des sylvicultures contrastées afin de maximiser nos chances d'observer des différences de masse volumique entre ces deux extrêmes puisque notre étude est encore très exploratoire pour certains de ses aspects. Le schéma de prélèvement des échantillons dans l'arbre est illustré en Fig. 11.

- 15 rondelles de tronc (A) sont sélectionnées le long de la tige avec de façon systématique les hauteurs 0,30 m, 0,80 m et 1m30.
- Sept billons courts contenant chacun un verticille de nœuds (B) sont coupés par arbre : cinq contenant des nœuds débouchant (les branches associées sont vivantes) dans le houppier et deux contenant des nœuds recouverts localisés en dessous de la base du houppier.
- Un minimum de 10 branches est sélectionné par arbre. Plusieurs rondelles (C) sont prélevées le long de la branche.

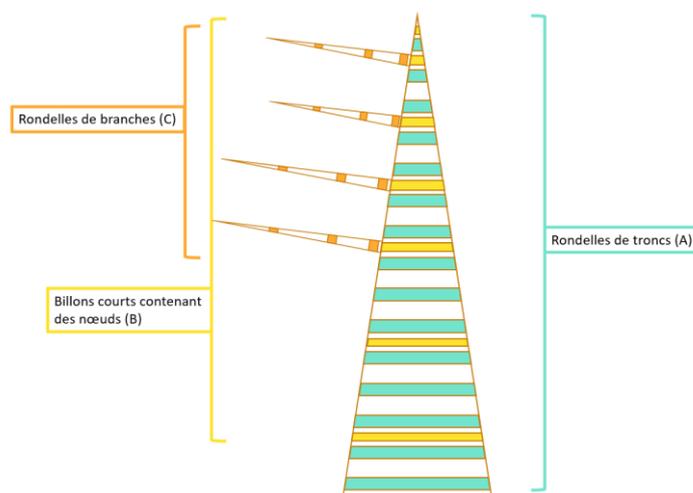


Fig. 11 : schéma de prélèvement des échantillons

Méthodes

La biomasse se calcule de la manière suivante :

$$Biomasse = \frac{Masse\ sèche\ de\ bois}{Volume\ vert\ de\ bois} * Volume\ vert\ de\ bois$$

L'infradensité correspond au rapport masse sèche sur le volume de bois vert. Cette variable a l'avantage de regrouper la masse sèche de bois (importante pour le calcul de carbone et pour la chimie du bois dont les concentrations d'extractibles sont données en pourcentage de masse sèche) et le volume de bois vert qui est estimé directement sur le terrain (IGN, ONF...).

Les échantillons sont scannés à l'aide d'un tomographe à rayons X. Les images obtenues sont traitées avec le logiciel ImageJ pour extraire la masse volumique des zones d'intérêt. Les volumes sont aussi calculés à partir des échantillons, excepté pour les volumes de branches utilisant des facteurs d'expansion (Longuetaud et al., 2013). Cinq compartiments ont été distingués : le tronc (sans les nœuds), l'écorce, les nœuds, les insertions de branches, et la partie restante des branches (BSI).

Résultats et conclusions

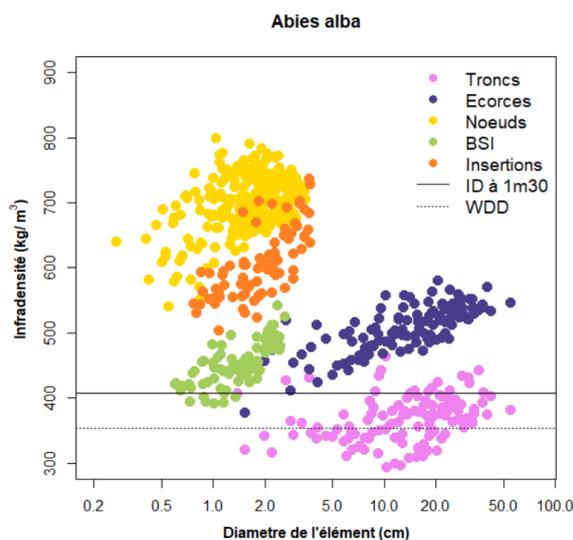


Fig.2: infradensité des différents compartiments en fonction du diamètre de l'élément pour le sapin

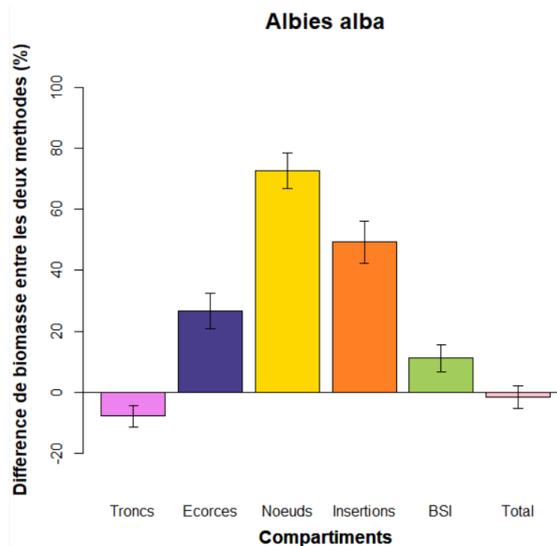


Fig.3: différence entre la biomasse obtenue en utilisant l'infradensité des compartiments et la biomasse estimée avec l'infradensité moyenne à 1,30 m rapportée à la biomasse estimée avec l'infradensité moyenne à 1,30

Les premiers résultats montrent l'existence d'une forte différence de masse volumique entre les différents compartiments. La masse volumique est plus importante pour les nœuds du tronc que pour les branches, elles-mêmes plus denses que le tronc (sous-écorce, hors nœuds). L'insertion d'une branche est plus dense que le reste de la branche (BSI) (Figure 2). La Figure 3 nous permet de montrer que la biomasse totale de l'arbre est surestimée de 1,53 % si on utilise la masse volumique moyenne mesurée à 1,30 m (407 kg/m³). Cela est dû à un effet de compensation entre une masse volumique légèrement surestimée à 1,30 par rapport au reste du tronc situé au-dessus et largement sous-estimée pour les nœuds, les insertions de branches et l'écorce, représentant des volumes plus faibles. Pour l'estimation de la biomasse totale de l'arbre, les résultats sont donc acceptables tels qu'obtenus avec les valeurs d'infradensité actuelles. Mais il s'agit toutefois d'un biais systématique et ces différences de biomasse vont se cumuler à l'échelle d'une ressource. En revanche, la forte sous-estimation de la masse volumique pour les compartiments nœuds, insertions de branches et écorce démontre que nous sommes aujourd'hui incapables d'évaluer la ressource en extractibles de ces compartiments, or ce sont justement ces compartiments qui seraient candidats pour une telle valorisation. Plusieurs hypothèses peuvent être avancées concernant cette masse volumique plus élevée dans certains compartiments de l'arbre. Notamment le lien avec une présence plus importante d'extractibles est évoqué ; une largeur de cerne plus petite dans les branches et nœuds, et enfin, la présence de bois de compression dans les nœuds et branches.

La figure 4 indique les valeurs moyennes d'infradensité obtenues pour les différents compartiments du sapin avec leur représentation et impact sur la biomasse. La contribution en volume de chaque compartiment est également représentée. Un travail similaire a été effectué pour l'épicéa et le douglas. Le chêne et le hêtre seront étudiés prochainement. Cette étude étant exploratoire et très détaillée au niveau de la description des arbres, elle n'a été réalisée que sur un nombre très limité d'individus. Il conviendra d'utiliser les résultats obtenus afin de proposer

un échantillonnage allégé permettant d'étudier un nombre plus importants d'arbres dans différents contextes de façon à pouvoir proposer des facteurs de correction entre les valeurs de masse volumique à 1,30 (ou des bases de données classiques) et les valeurs de masses volumiques des différents compartiments qui soient représentatifs de la ressource.

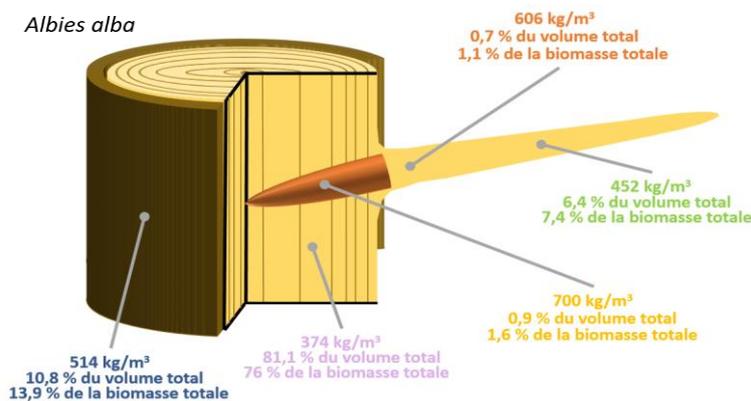


Fig. 4 : schéma reprenant les infradensités, pourcentages en volume et pourcentages en biomasse des différents compartiments par rapport au total de l'arbre.

Remerciements

Le laboratoire SILVA est soutenu par l'Agence Nationale de Recherches (ANR) avec le programme "Investissements d'Avenir" (ANR-11-LABX-0002-01, Lab of Excellence ARBRE). La thèse d'Antoine Billard est financée par l'ADEME et la Région Grand-Est. Ce travail est effectué dans le cadre du projet ExtraFor_Est dirigé par Francis Colin. Nous souhaitons remercier Christine Deleuze (ONF) pour son aide dans la réalisation de ce travail, Vincent Rousselet, Frédéric Bordat, Loïc Dailly et Adrien Contini pour l'échantillonnage et les mesures au laboratoire, Adeline Motz et Daniel Rittié pour les lectures de cerne, et Charline Mola pour les acquisitions au scanner RX. Aussi, nous remercions Chloé Agro, Lucie Heim et Léopold Bergé qui ont travaillé durant leur stage de Master 1 sur la densité et volume des nœuds, ainsi qu'Anaëlle Rajaonarivo, Léa Bissieux et Bernard Poirot pour la segmentation des nœuds sur les images.

Références

- Kebbi-Benkeder, Z., Manso, R., Gérardin, P., Dumarçay, S., Chopard, B., Colin, F. 2017. Knot extractives: a model for analysing the eco-physiological factors that control the within and between-tree variability. *Trees*. 31(5): 1619-1633.
- Longuetaud, F., Santenoise, P., Mothe, F, Kieseé., T. S., Rivoire, M., Saint-André, L., Ognouabi, N., Deleuze, C., 2013. Modeling volume expansion factors for temperate tree species in France. *Forest Ecology and Management*. 292: 111-121.
- Williamson, G.B., Wiemann, M.C. 2010. Measuring wood specific gravity...Correctly. *American Journal of Botany*. 97(3): 519-524.

C11 : Une contribution pour l'approvisionnement de la chimie du bois en extractibles et exsudats forestiers et pour une transition vers la bioéconomie dans l'Est de la France : les projets ExtraFor_Est et Gemm_Est

COLIN Francis¹

¹ UMR 1434 « Silva » Université de Lorraine, INRA, AgroParisTech Nancy
Coordinateur des projets ExtraFor_Est et Gemm_Est.

francis.colin@inra.fr

Mots clés : Extractibles ; exsudats ; composés polyphénols ; composés terpéniques ; ressource forestière ; gemmage

Le projet ExtraForest, lauréat de l'appel à projets 2017 « Innovation, investissement pour l'amont forestier » du Ministère de l'Agriculture et de la Forêt, court de novembre 2017 à novembre 2020. Le financement obtenu a été complété par des financements provenant du FEDER Lorraine, du Labex Arbre, de l'ADEME et de la Région Grand Est. Les recherches s'étendent donc de juillet 2017 à décembre 2021. L'objectif des recherches est d'acquérir et de diffuser rapidement toutes les connaissances concernant les composés chimiques extractibles du bois (phénoliques et terpéniques), nécessaires pour réfléchir l'implantation d'unités industrielles d'extraction en régions Grand-Est et Bourgogne Franche Comté. Une ébauche d'outil d'aide à la décision est envisagée, permettant de rassembler les informations recueillies et d'analyser la faisabilité socio-technico-économique d'une filière forêt-chimie régionale.

Le projet Gemm_Est, lauréat de l'appel à projets 2018 « Mirabelle+ » de Lorraine Université d'Excellence (LUE), a démarré le 1^{er} octobre 2019 pour 2 ans. Il vise à actualiser les modalités techniques permettant de réintroduire le gemmage qui était pratiqué dans l'est de la France sur des espèces telles que le sapin, l'épicéa, le pin sylvestre et autres pins, le mélèze, qui produisaient notamment les térébenthines des Vosges, de Strasbourg, de Briançon ou de Venise... Le projet Gemm_Est se caractérise par une étude socio-ethnologique du gemmage anciennement pratiqué en France ou persistant dans d'autres régions européennes, et des aspects résolument de compréhension physiologique de la sur-production des composés terpéniques suite aux endommagements.

La communication sur les deux projets et la diffusion de leurs résultats revêtent une grande importance. Les changements d'échelle depuis les molécules jusqu'aux ressources et les marchés sont particulièrement mis à profit, les échelles ressources et territoires étant analysées en collaboration avec l'IGN, en tirant profit des données de l'IFN. L'organisation d'ExtraFor_Est selon ces changements d'échelle est présentée en figure 1 tandis que l'organisation du projet Gemm_Est est présentée en figure 2.

Figure 1. Organisation du projet ExtraFor_Est mettant en avant les changements d'échelle

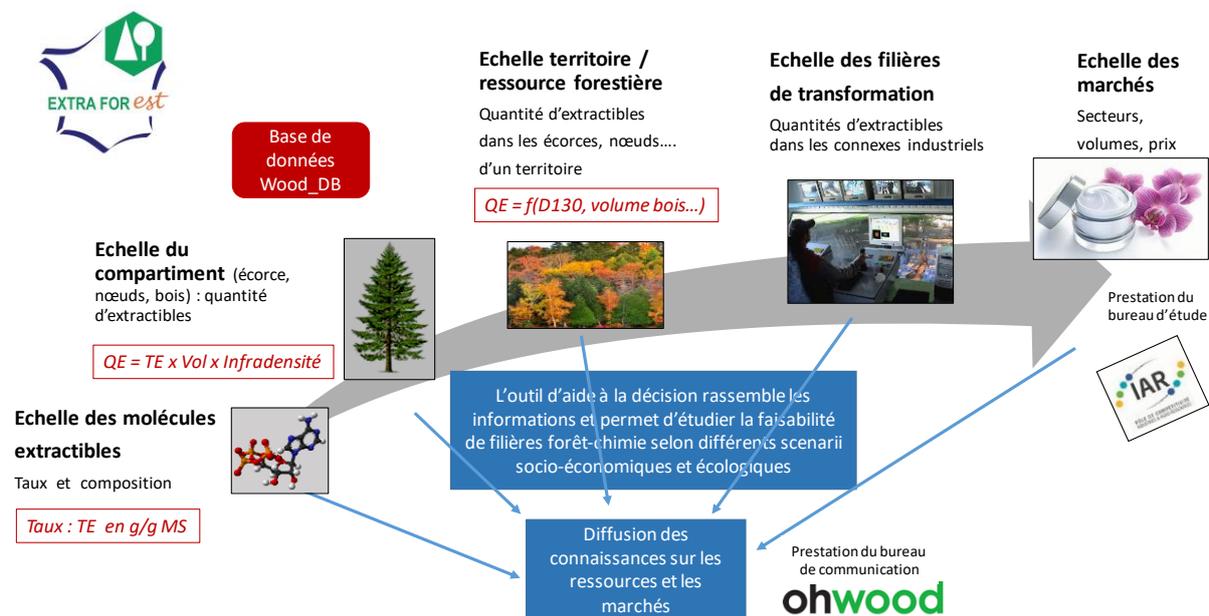
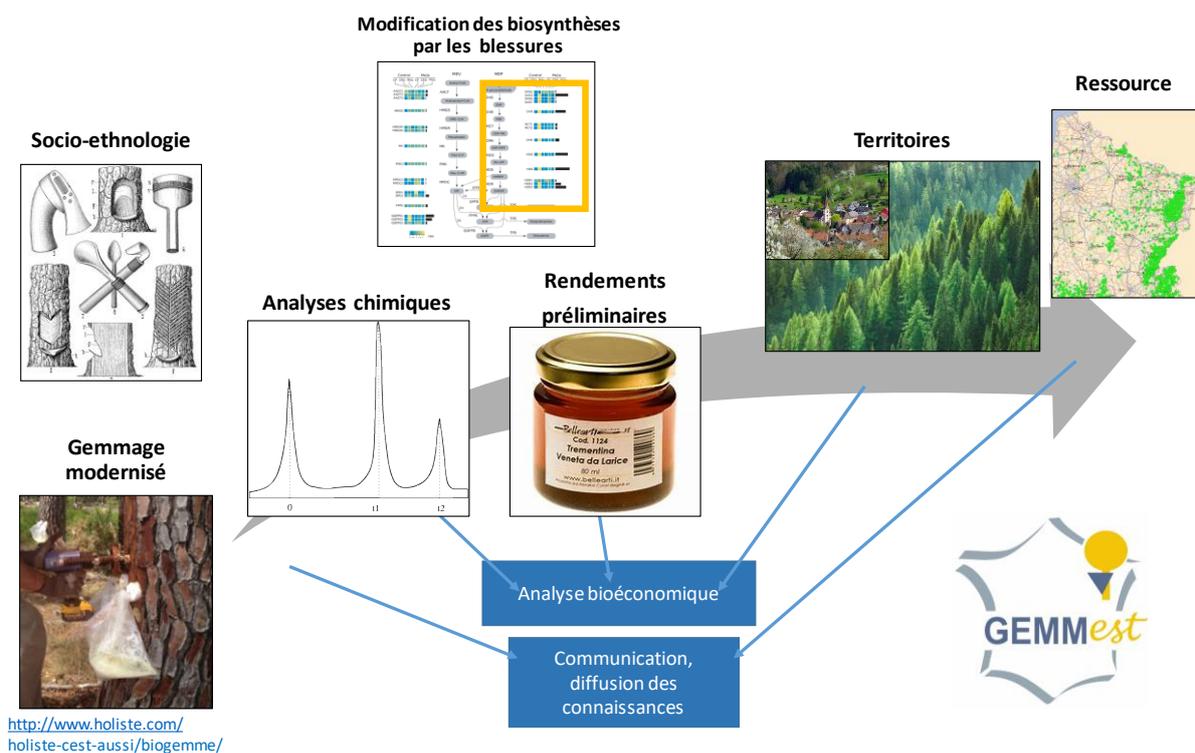


Figure 2. Organisation du projet Gemm_Est



Ensemble ces deux projets cherchent à valoriser les composés chimiques des espèces forestières de nos régions en adoptant une approche résolument au service des acteurs des filières forêt-bois et des industries chimiques. Ils s'inscrivent donc clairement dans une approche d'accompagnement de la transition vers la bioéconomie régionale.

Remerciements

Sont ici remerciées les deux équipes des 2 projets ExtraFor_Est et Gemm_Est, les pôles de compétitivité Fibres Energivie et Industries AgroRessources (iAR) qui ont labellisé les deux projets et le TI Des Hommes et des Arbres auquel sont associés les deux projets, le Ministère de l'Agriculture et des AgroIndustries (MAA), le FEDER Lorraine, l'ADEME, la région Grand-Est, le LABEX Arbre et Lorraine Université d'Excellence

C12 : Présentation du projet ANR WoodSeer : Prédiction des défauts internes des grumes à partir des caractéristiques corticales

CONSTANT Thiéry¹, DEBLED-RENESSON Isabelle², FRANÇOIS Damien³,
KERAUTRET Bertrand⁴, PIBOULE Alexandre⁵, PRADALIER Cédric⁶,

¹Université de Lorraine, AgroParisTech, INRA, UMR Silva, 54000 Nancy, France

²LORIA, UMR CNRS 7503, Université de Lorraine, 54506 Vandoeuvre-lès-Nancy, France,

³Forêt et Bois de l'Est, 88000 Epinal, France,

⁴Univ Lyon, Lyon 2, LIRIS, 69670 Lyon, France,

⁵ONF-RDI Pôle de Nancy, 54600 Villers-lès-Nancy, France,

⁶Georgia Tech Lorraine, UMI 2958 GT-CNRS, 57000 Metz, France

thiery.constant@inra.fr

Mots clés : Qualité du Bois Rond; Nodosité; Ecorce; 3D; Intelligence Artificielle; Apprentissage profond

Contextes et Objectifs:

Ce poster a pour objectif de présenter le projet ANR WoodSeer, qui a été lauréat de l'appel à projet de l'ANR en 2019 dans la catégorie des projets de recherche collaboratifs avec des industriels. Ce projet a débuté en novembre 2019 pour une durée de 4 ans et a été labellisé par les pôles de compétitivité Fibres-Energivie et Xylofutur

WoodSeer, dont l'acronyme fait référence au don de voyance, est un projet visant à développer des moyens automatisés de caractérisation des bois à l'amont de la filière forêt-bois dans le cadre de l'inventaire, du commerce des grumes et de la première transformation, en apportant de manière automatisée une information détaillée sur la nature, la localisation et les dimensions des défauts internes. De nos jours, pour cette industrie, cette information n'est accessible qu'à travers l'utilisation de scanners à rayons X fournissant une structure interne de référence pour le système raméal mais peu abordable aux entreprises de la filière du fait de l'importance des investissements requis. Néanmoins cette information est intégrée via l'expérience et les savoir-faire d'experts dans l'opération de classement des bois en forêt ou dans des parcs à bois.

Ainsi, l'idée fondatrice du projet repose sur la mise en relation des signatures des défauts sur l'écorce, avec leurs caractéristiques internes. Sans que cela soit exclusif, les défauts visés sont en particulier les nœuds des branches élaguées englobés dans le tronc, comme cela est illustré dans la Figure 1: la cicatrice d'une branche sur l'écorce contient des informations sur la hauteur du bourgeon qui lui a donné naissance, le diamètre de la branche au moment de son élagage, son inclinaison moyenne et la croissance diamétrale du tronc depuis.

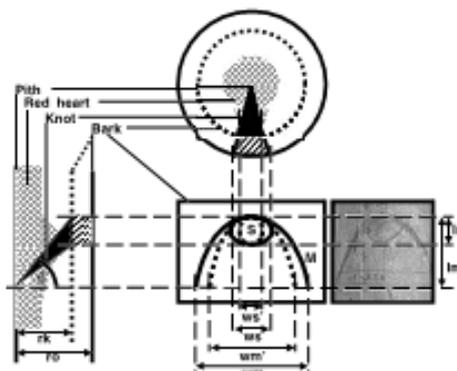


Fig. 1: Relations géométriques entre signature externe du défaut et défaut interne dans le cadre d'une étude sur le cœur rouge du Hêtre extraite de Wernsdörfer et al. (2005)

Structure du Projet :

Travaux antérieurs

Grâce à des travaux antérieurs, impliquant plusieurs partenaires du projet, un premier verrou a pu être levé en obtenant des premiers résultats très prometteurs sur la détection des signatures des défauts à la surface d'écorces lisses ou rugueuses. Ces avancées ont été obtenues à partir d'algorithmes analysant la description 3D de la surface de la grume faite avec un Lidar terrestre. Ces travaux proposent aussi la classification en type de défauts et le calcul de leurs caractéristiques (Nguyen 2018).

Diversification des moyens d'acquisition 3D

Dans la continuité, et dans un premier ensemble de tâches, le projet WoodSeer a pour objectif d'étudier une diversification des méthodes de numérisation tridimensionnelle de la surface d'une grume à travers l'utilisation d'appareils portables en forêt et sur site industriel grâce à des cubeurs géométriques, et d'évaluer leur pertinence pour détecter les défauts de surface. Une campagne de mesures associant différents moyens d'observation sur une quarantaine d'individus de 4 espèces différentes allant de l'arbre sur pied, à la grume pour les observations externes avec au final l'observation couplée des défauts internes caractérisés au moyen d'un scanner à rayons X

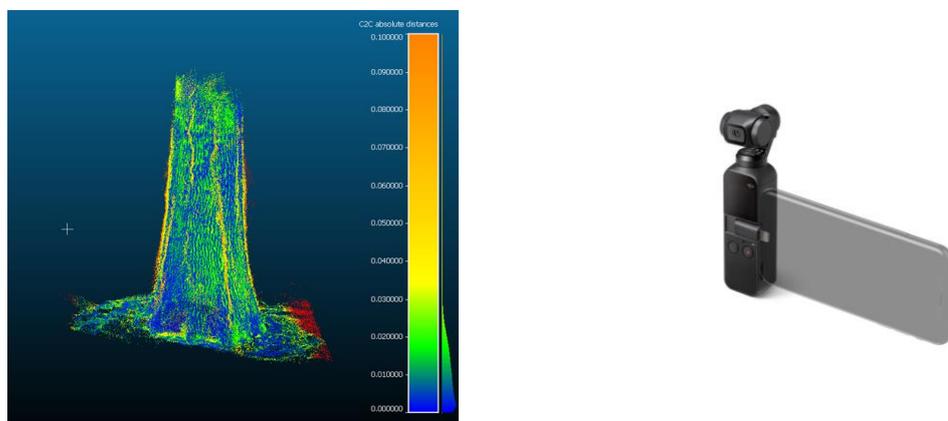


Fig. 2 : Illustration de premiers essais comparatifs entre données 3D provenant d'un Lidar terrestre et de la caméra stabilisée DJI-OSMO Pocket®.

Traitement des données 3D surfaciques et volumiques

Des tâches ont aussi pour objectif de fournir des données permettant de coupler la description externe et interne d'un même défaut, grâce à l'utilisation d'un scanner à rayons X, et d'autres ambitionnent de les compléter par des structures géométriques 3D de synthèse en vue de pouvoir utiliser des méthodes performantes d'intelligence artificielle, comme l'apprentissage profond dans les autres tâches du projet. Le second ensemble de tâches vise à améliorer l'acquis pour détecter et classer les défauts en surface et explorer d'autres voies comme combiner l'apprentissage profond et des contraintes géométriques pour améliorer les méthodes de segmentation ou de classification, afin de faciliter le renforcement de bases de données dans le futur.

Etablissement des relations entre signatures externes et caractéristiques internes.

Le dernier ensemble est dédié à l'établissement des relations externe-interne, afin de pouvoir prédire le défaut interne à partir de sa signature externe, avec l'ambition de s'appuyer sur des méthodes d'intelligence artificielle comme les réseaux de neurones, et en s'appuyant sur les données fournies par les tâches précédentes.

Qualité du Consortium

Pour répondre à ces différents objectifs, le consortium réuni dans ce projet bénéficie d'une représentativité de la filière grâce à des gestionnaires et commerciaux de la forêt publique et privée, d'un scieur, (ONF, F&BE (Scierie Genet)) et d'une sous-traitance d'un concepteur et assembleur de solutions de cubage et d'optimisation de la transformation (Sovilor). Sur le plan scientifique, WoodSeer réunit une expertise reconnue sur les numérisations 3D surfaciques et volumiques et leurs traitements pour en extraire de l'information pertinente. Il présente aussi des compétences en développement de l'arbre et son impact sur la qualité des bois, et en modélisation statistique (UMR Silva, Nancy), ainsi que des compétences en géométrie discrète, objet de synthèse, et enfin en intelligence artificielle (LORIA (Nancy), LIRIS (Lyon), UMI GT-CNRS (Metz)).

Références

Wernsdorfer H., Constant T., Mothe F., Badia M. A., Nepveu G., Seeling U., (2005). Detailed analysis of the geometric relationship between external traits and the shape of red heartwood in beech trees (*Fagus sylvatica* L.) », *Trees-Structure and Function*, vol. 19, no 4, p. 482-491

Nguyen, V-T ; Kerautret, B. ; Debled-Rennesson, I. ; Colin, F. ; Piboule, A. ; Constant, T.(2016) Segmentation of defects on log surface from terrestrial lidar data. In: 23rd International Conference on Pattern Recognition (ICPR), 2016, S. 3168–3173

Nguyen V-T, (2018) Estimation de la qualité de bois ronds et d'arbres sur pied par Lidar terrestre, Thèse de Doctorat AgroParisTech, 10 octobre 2018, 167p.

C13 : Détection automatique de la moelle sur des images d'extrémités de grumes de Douglas brutes de sciage

DECELLE Rémi¹, NGO Phuc¹, DEBLED-RENNESON Isabelle¹, MOTHE Frédéric²,
LONGUETAUD Fleur²

¹ Université de Lorraine, LORIA, UMR 7503, 54506 Vandœuvre-lès-Nancy, France,

² Université de Lorraine, AgroParisTech, Inra, Silva, F-54000 Nancy, France

remi.decelle@loria.fr

Mots clés : Bois; Moelle; Analyse d'images; Transformée de Hough;

Introduction

La qualité du bois est un élément important dans l'industrie du bois. L'un des éléments clés à détecter est la moelle. En effet, cette information permet d'analyser de manière plus simple d'autres éléments importants à l'estimation de la qualité (aubier, duramen, largeur des cernes).

Le problème de la détection automatique de la moelle a déjà été étudié dans la littérature. De nombreuses méthodes ont été mises au point pour la tomodensitométrie (Longuetaud et al. 2004, Boukadida et al. 2012). Un tel scanner est un investissement trop lourd pour la plupart des scieries. En parallèle, les caméras bon marché comme les caméras RVB fournissent des images à moindre coût avec une bonne résolution d'image. Sur des surfaces brutes, les marques de sciage, traces de terre et/ou peinture sont parfois visibles, ce qui rend l'analyse plus difficile. Wei et al.(2012) ont publié une brève étude bibliographique sur l'estimation de la position de la moelle. À notre connaissance, seules trois études (Norell et Borgefors 2008, Schraml et Uhl 2013, Kurdthongmee et al. 2018) ont proposé des algorithmes pour cette détection.

Les trois méthodes développées sont robustes et donnent la localisation de la moelle avec une bonne précision. Cependant elles ont quelques limites. Norell et Borgefors (2008) segmentent manuellement les coupes transversales du bois. Kurdthongmee et al (2018) et Schraml et Uhl (2013) supposent que la section de bois est centrée sur l'image.

Dans notre étude, la section de bois n'est pas segmentée et n'a pas besoin d'être centrée sur l'image. L'idée est d'avoir une méthode utilisable partout. Nous proposons une méthode robuste pour détecter l'emplacement de la moelle.

Matériel et méthode

Jeux d'images

Nous avons deux séries d'images différentes de Douglas. Cela diffère de Norell et Borgefors (2008) qui ont traité de l'épicéa et du pin sylvestre. Schraml et Uhl (2013) ont traité de l'épicéa. Kurdthongmee et al. (2018) ont traité de l'hévéa.

Les deux jeux d'images concernent les mêmes grumes à des instants différents. La première série d'images (appelée Besle), prise par un appareil photo numérique (modèle Panasonic DMC-FZ45), se compose de 65 images prises juste après la coupe en forêt et. La deuxième série (appelée BBF), prise par un smartphone (Huawei modèle ANE-LX1), est constituée de 16 images des grumes prises sur le parc à grumes. Quelques images des jeux de données sont illustrées dans la figure 1.

Chaque grume a été prise plusieurs fois (de 3 à 5 fois) en tournant légèrement à gauche ou à droite la caméra entre chaque vue. Nous considérons que la position de la moelle est représentée par un pixel, bien que d'un point de vue biologique elle peut occuper une plus grande surface. Les vérités terrains, c'est-à-dire la position réelle de la moelle sur chaque image, ont été évaluées manuellement par deux opérateurs différents.



Fig. 1 : Images issues des jeux de données. Deux premières lignes issues de **Besle** et la dernière issue de **BBF**.

Première estimation de la moelle

Nous procédons en deux étapes. La première doit remédier à l'absence de segmentation et fournir une première estimation de la moelle sur la section. Nous supposons que la section peut être assimilée à un cercle. Ainsi, notre première étape repose sur une méthode de détection de cercles : transformée de Hough (HT). En pratique, la grume n'est pas un cercle parfait et ainsi plusieurs cercles sont détectés.

Une fois les cercles trouvés, pour estimer la position de la moelle nous déterminons le barycenter de l'ensemble des centres des cercles détectés. Chaque attribue un poids à chaque pixel d'autant plus important qu'il est proche du centre, ce qui conduit à une carte de probabilité de présence de la moelle. La figure 2 montre les cercles détectés et la carte de probabilité.

Vers une estimation précise de la moelle

La seconde étape est notre implémentation (itérative) de la méthode développée par Longuetaud et al. (2004) pour des images tomographiques. L'idée est d'extraire une petite sous-image centrée sur la première détection faite précédemment et d'accumuler les normales des tangentes aux cernes. Comme ces derniers peuvent être assimilés à des cercles concentriques centrés sur la moelle, l'accumulation doit faire ressortir la position de la moelle.

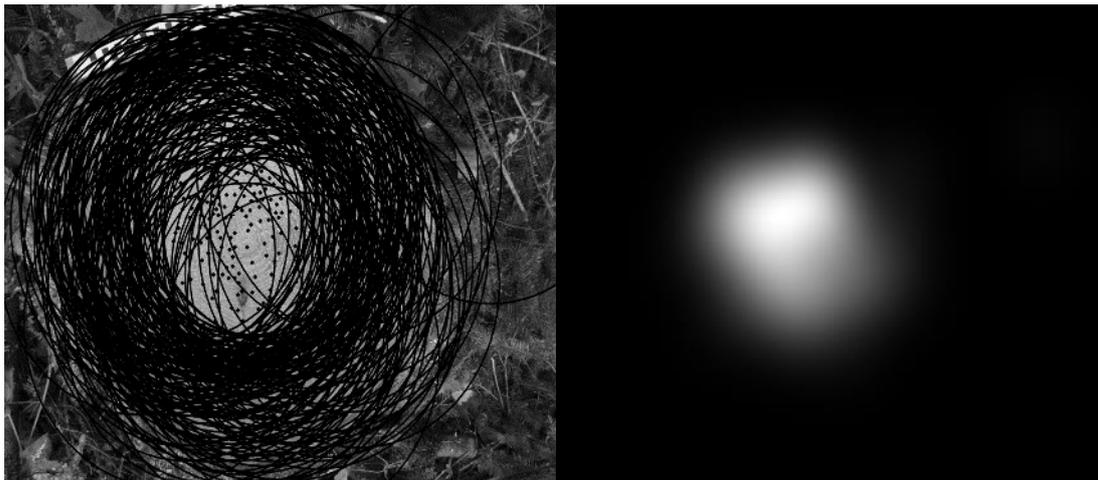


Fig. 2 : À gauche les cercles détectés par la transformée de Hough. À droite, la carte de probabilité obtenue à l'aide des centres des cercles.

Résultats et discussion

Nous avons comparé notre méthode à celle proposée par Kurdthongmee et al. (2018) sur nos jeux de données. La figure 3 montre les résultats pour les deux méthodes et les deux jeux. Notre méthode est plus précise. Nous obtenons un écart moyen de 14.29mm pour notre méthode contre 25.05mm pour celle de Kurdthongmee et al. (2018) sur le jeu **Belse**.

Notre algorithme est cependant plus lent : une image est traitée en 2956ms contre 667ms pour celui du Kurdthongmee. Nos expériences ont été réalisées sur un Intel Core i7 avec 2,5 GHz et 16 Go de RAM.

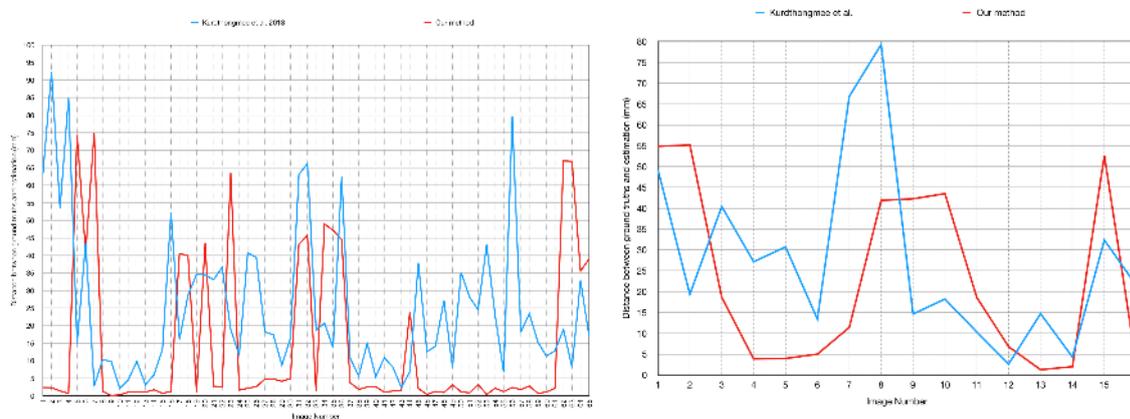


Fig. 3 : Comparaison de la distance (mm) entre la vérité terrain et la position estimée de la moelle (**Besle** à gauche et **BBF** à droite). La courbe rouge représente notre méthode et la courbe bleue celle de Kurdthongmee et al. (2018).

Conclusions

Nous avons proposé une méthode permettant d'estimer la position de la moelle sur des images capturées par des appareils photo numériques. Notre méthode ne nécessite pas de segmentation manuelle ou d'hypothèse sur la position de la section dans l'image comme les méthodes décrites dans la littérature. Les résultats ont montré une estimation plus précise sur les deux ensembles de données, malgré des cas difficiles. Cependant, cette précision conduit à un temps de calcul

légèrement plus long. A l'heure actuelle, une seule essence de bois a été traitée, à savoir le Douglas.

Les travaux futurs devraient se concentrer sur l'amélioration de la seconde étape de la détection. Nous testerons aussi si, comme nous l'espérons, la méthode peut s'appliquer sur d'autres essences. Nous nous intéressons aussi à la détection de l'aubier et du duramen.

Références

Boukadida, H.; Longuetaud, F.; Colin, F.; Freyburger, C.; Constant, T.; Leban, J.; Mothe, F. 2012. Pithextract: A robust algorithm for pith detection in computer tomography images of wood application to 125 logs from 17 tree species. *Computers and Electronics in Agriculture* 85, 90–98

Kurdthongmee, W., Suwannarat, K., Panyuen, P., Sae-Ma, N. 2018. A fast algorithm to approximate the pith location of rubberwood timber from a normal camera image. In: 15th International Joint Conference on Computer Science and Software Engineering (JCSSE). pp. 1–6. IEEE

Longuetaud, F., Leban, J.M., Mothe, F., Kerrien, E., Berger, M.O. 2004. Automatic detection of pith on ct images of spruce logs. *Computers and Electronics in Agriculture* 44(2), 107–119

Norell, K., Borgefors, G. 2008. Estimation of pith position in untreated log ends in sawmill environments. *Computers and Electronics in Agriculture* 63(2), 155 – 167

Schraml, R., Uhl, A. 2013. Pith estimation on rough log end images using local Fourier spectrum analysis. In: Proceedings of the 14th Conference on Computer Graphics and Imaging (CGIM'13), Innsbruck, AUT

Wei, Q., Leblon, B., La Rocque, A. 2011. On the use of x-ray computed tomography for determining wood properties: A review. *Canadian Journal of Forest Research* 41(11), 2120–2140

C14 : Quel rôle a le vent dans la réponse de croissance suite à une éclaircie dans un peuplement de Hêtres ?

DONGMO Joël¹, CONSTANT Thiéry¹, DLOUHA Jana¹, NINGRE François¹,
BONNESOEUR Vivien, FOURNIER Meriem¹, MOULIA Bruno²

¹Université de Lorraine, AgroParisTech, INRA, UMR Silva, 54000 Nancy, France

²Université Clermont Auvergne, INRA, PIAF, Clermont-Ferrand, France
joel.dongmo@inra.fr

Mots clés : Arbre; vent; croissance; thigmomorphogenèse; gestion forestière.

Introduction

Le vent est à l'origine des principales sollicitations mécaniques qu'un arbre doit subir. Si celles-ci entraînent le dépassement de la limite de rupture du matériau ou du système racinaire cette exposition peut être fatale à l'arbre. En conséquence au cours de l'évolution, les plantes ont développé la capacité de réguler leur croissance (Bonnesoeur et al. 2016) dans le but de prévenir le risque de casse ou de déracinement dans la définition d'un compromis avec la nécessité d'assurer leur fonctionnement photosynthétique. En effet, cela va de pair avec une croissance en hauteur et un étalement du houppier qui sont autant de facteurs aggravant le risque mécanique en augmentant la prise au vent et le bras de levier. Cette chaîne de processus de régulation est dénommée thigmomorphogenèse (Jaffe 1973). Grâce notamment aux travaux de Coutand et al. (2009), et à une formalisation qui tient compte des déformations perçues par les cellules en formation (Mouliia et al. 2015), d'importants progrès ont été faits apportant une meilleure connaissance de ce mécanisme. Néanmoins dans un contexte de gestion forestière, c'est très récemment que la prise de conscience s'est faite sur l'importance que pouvait avoir le rôle du vent sur la croissance des arbres en peuplement. (Fournier et al. 2015). Dès lors, la question se posait de quantifier l'importance de ce facteur, dans une des actions de gestion forestière les plus fréquentes, à savoir l'éclaircie, par rapport aux facteurs traditionnels mentionnés pour expliquer le gain de croissance résultant : accès à la lumière et compétition moindre pour l'eau. Pour séparer les différents effets et parvenir à les quantifier, une expérience a été mise en place dans un peuplement de Hêtre en Forêt de Haye à proximité de Nancy et suivie à partir de 2015, jusque fin 2018.

Matériels et méthodes:

Après sélection d'un peuplement de futaie régulière avec des perches de Hêtres d'un diamètre moyen de 13 cm en 2014, quatre groupes de 10 arbres représentatifs de la variabilité de taille des arbres dominants dans le peuplement ont été sélectionnés. Deux groupes ont été détournés en éliminant leurs voisins sur un rayon de 4 mètres. Et les arbres d'un des deux groupes ont été haubanés à la hauteur de base du houppier par des câbles métalliques pour empêcher les oscillations du tronc sous l'effet du vent. Le même protocole a été appliqué sur les arbres non éclaircis. En parallèle, des mesures de LAI (Leaf Area Index) ont été réalisées à plusieurs reprises pour une situation éclaircie ou non. Celles-ci associée à une caractérisation pédologique et à des mesures météorologiques permettent de calculer un bilan hydrique journalier pour chaque situation grâce au modèle Biljou.

Durant quatre saisons de végétation, la croissance diamétrale des arbres à 1.30 a été suivie grâce à des dendromètres à bande relevés régulièrement. Durant l'hiver 2018 2019, les arbres ont été

abattus et mesurés. Et nous présentons ici les résultats concernant les accroissements annuels dans les différents traitements pour la croissance en diamètre et en hauteur, celle-ci mesurée

Résultats

Les différences de croissance radiale entre les traitements sont très nettes et soumises à des variations inter-annuelles importantes comme le montrent la Fig. 1. Si l'on raisonne en terme de gain de croissance diamétrale résultant de l'éclaircie, on s'aperçoit que plus de 50% de ce gain est lié au fait que les arbres sont libres de bouger sous l'effet du vent. La différence de croissance entre les arbres libres de bouger et les arbres haubanés est moindre pour les arbres non-éclaircis par rapport aux arbres éclaircis.

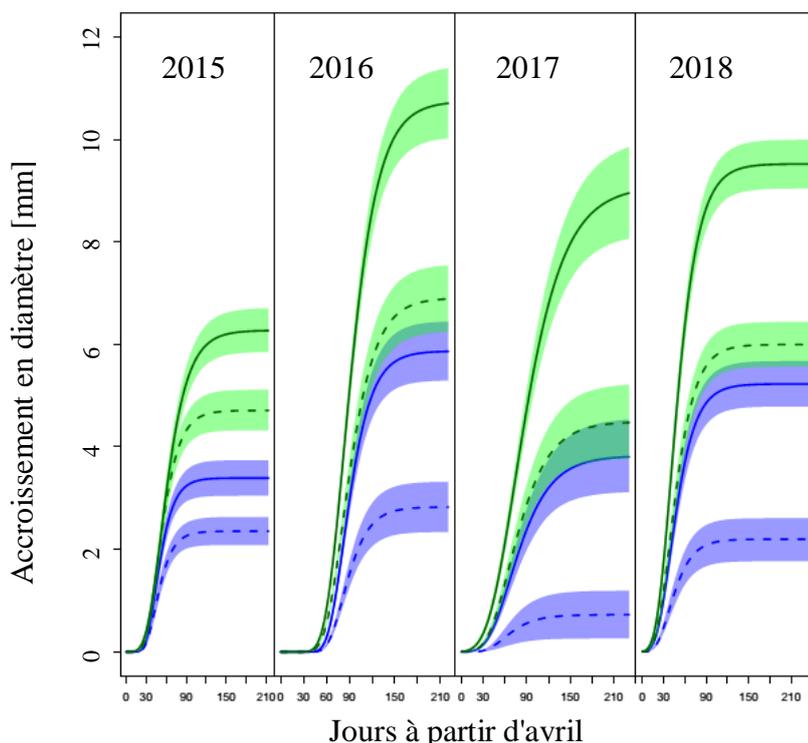


Fig.1 : Evolution de l'accroissement en diamètre annuel de 2015 à 2018 en fonction des jours d'avril à novembre pour chaque groupe d'arbre : en vert les arbres éclaircis; en bleu les arbres non-eclaircis; les ligne pointillées indiquent les arbres haubanés. Les aires représentent l'intervalle de confiance à 95%

Aucune différence n'est observée sur la croissance en hauteur contrairement aux résultats obtenus dans d'autres études sur des essences à fort contrôle apical ou lors d'expériences en milieu contrôlé, mais des hypothèses peuvent être formulées pour expliquer cette absence de différence.

De plus, à partir d'une modélisation des courbes d'accroissement par un modèle de Richards, les variations des quatre paramètres du modèle respectivement liés aux positions du point d'inflexion de la courbe de croissance sur les deux axes, la valeur de l'asymptote finale, et la vitesse de croissance au point d'inflexion sont analysées en fonction des informations provenant du bilan hydrique, en particulier le nombre de jours de stress hydrique et leur répartition mais aussi la distribution des vitesses maximales de vent journalières.

Remerciements

Ce projet a bénéficié d'une aide de l'Etat gérée par l'Agence Nationale de la Recherche au titre du programme Investissements d'avenir portant la référence n° ANR-11-LABX-0002-01 (Laboratoire d'Excellence ARBRE), d'un soutien financier de la région Lorraine, et du département EFPA de l'INRA

Références

- Bonnesoeur V., Constant T., Moulia B., Fournier M., (2016) Forest trees filter chronic wind-signals to acclimate to high winds. *New Phytol*, vol. 210, no 3, p. 850-860.
- Fournier, M., Bonnesoeur, V., Deleuze, C., Renaud, J.-P., Legay, M., Constant, T., Moulia, B., (2015). Pas de vent, pas de bois. L'apport de la biomécanique des arbres pour comprendre la croissance puis la vulnérabilité aux vents forts des peuplements forestiers. *Revue Forestière Française* LXVII.
- Jaffe, M.J., (1973). Thigmomorphogenesis: the response of plant growth and development to mechanical stimulation. *Planta* 114, 143–157.
- Moulia, B., Coutand, C., Julien, J.-L., (2015). Mechanosensitive control of plant growth: bearing the load, sensing, transducing, and responding. *Frontiers in Plant Science* 6. <https://doi.org/10.3389/fpls.2015.00052>

C15 : Patrons des variations radiales de la densité des cernes et transition bois juvénile bois mature

ZUE ONDO Jean-Léon¹, RUELLE Julien¹, DLOUHA Jana¹, FOURNIER Meriem¹

¹INRA Nancy Grand Est, Champenoux, UMR SILVA, équipe (PHARE)

Jean-Leon.Zue-Ondo@inra.fr

Mots-clés : Patrons de variation ; densité ; cerne ; bois juvénile ; bois mature.

Contexte

La formation du bois au sein de l'arbre se fait graduellement, suivant l'axe vertical et l'axe horizontal de sa tige. Au cours de sa croissance l'arbre produit deux types de bois : un bois aux caractéristiques hétérogène dit « juvénile » qui se forme dans ses premières années de croissance, celui-ci permet son adaptation aux conditions de son environnement. Dans une seconde période de croissance un bois plus homogène dit « mature » est produit. Le passage du bois juvénile au bois mature est appelé transition bois juvénile-bois mature (Zobel *et al.*, 1998). Ce phénomène présente un grand intérêt en raison de l'impact défavorable du bois juvénile sur certaines des propriétés technologiques du bois massif. Le bois juvénile se caractérise par une densité plus faible, des trachéides ou des fibres plus courtes, un pourcentage de bois final plus fin, une résistance plus faible, un angle de microfibrilles plus important un retrait longitudinal plus important, (Adamopoulos *et al.*, 2010). Les approches menées sur les cinétiques d'évolution des propriétés montrent que la limite de démarcation entre le bois juvénile et le bois mature n'est pas toujours clairement définie. Elle dépend de la propriété étudiée et de l'espèce (Alteyrac *et al.*, 2006). Dans ce travail nous analysons les profils des variations radiales de densité des cernes et la distribution du bois juvénile-bois mature chez le Douglas et deux espèces tropicales le Kevazingo et l'Okoumé.

Matériel et méthodes

Espèces étudiées

Les variations de la densité des cernes ont été étudiées pour trois espèces (Fig. 1): Le Douglas (*Pseudotsuga menziesii*) espèce résineuse héliophile à croissance rapide (CDAF, 2009). L'Okoumé (*Aucoumea klaineana*) essence héliophile à croissance rapide des forêts tropicales du Gabon (Medzegue, 2007) et le Kevazingo (*Guibourtia tessmanii*) espèce des forêts tropicales à croissance lente peu tolérante à la lumière (Tosso *et al.*, 2015). Pour le Douglas les arbres ont été prélevés sur le site de Grison dans le département Saône-et-Loire en France pour deux types de traitements : un traitement témoin (sans éclairci : aucun prélèvement d'arbre effectué) et un traitement dynamique (à forts éclaircis : ou 1/3 des arbres ont été prélevés). Pour chaque traitement 5 arbres ont été choisis. Pour l'Okoumé et le Kevazingo les arbres ont été sélectionnés en forêts naturelle dans la région du Woleu-Ntem au nord du Gabon. Pour chaque arbres une rondelle a été découpée à une hauteur de 130 cm.

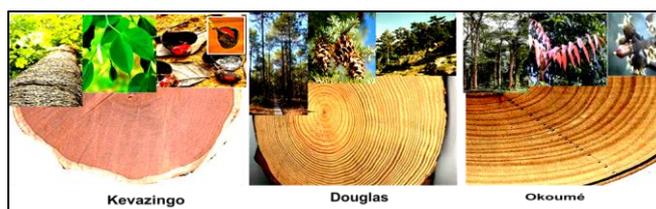


Fig. 1 : Espèces étudiées

Mesure de la densité des cernes

Les mesures de densité à l'échelle du cerne ont été réalisées par microdensitométrie. Cette méthode est basée sur l'absorption des rayons X par le matériau (Polge, 1966). Des barrettes radiales, ont été scannées au microtomographe, dans lequel elles sont exposées à un rayonnement X. Cette étape a permis l'acquisition d'image radiographique de chaque barrette. Les profils d'image ont été ensuite analysés au programme CERD (Mothe *et al.*, 1996), qui permet de délimiter les cernes et d'en calculer les valeurs de densité (Fig. 2). La croissance continue de certaines espèces tropicales comme le Kévazingo et l'Okoumé ne permet pas d'observer distinctement les cernes ainsi que la limite entre le bois initial et le bois final (Fig. 3). Pour pallier à cela nous avons donc décidé de tracer de faux-cernes d'une largeur constante de 3 mm, nous permettant d'observer les variations radiales de densité. Afin de comparer les espèces entre elles nous avons décidé de conserver le nombre de cernes (pour le Douglas) et de faux-cernes (pour le Kévazingo et l'Okoumé) dans les résultats présentés.

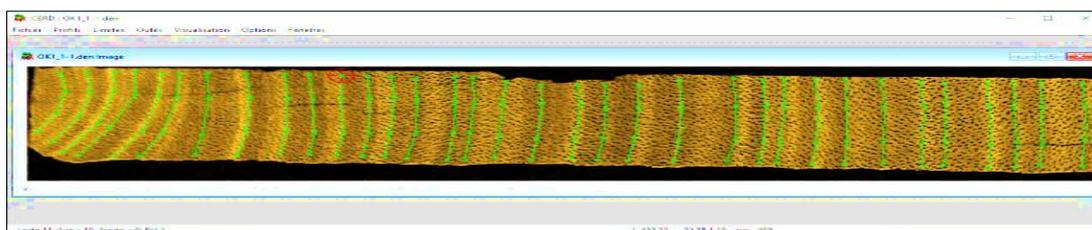


Fig. 2 : Profil de cernes d'une barrette de Douglas analysée au logiciel CERD



Fig. 3 : A = Barrette radiale de Kevazingo ; B = Barrette radiale d'Okoumé ;
C et D= images analysées au logiciel CERD

Résultats

L'examen des variations permet de déduire les profils de la densité moyenne des cernes des trois espèces (Fig. 4). Chez le Douglas les variations montrent des différences importantes entre les profils des deux scénarios sylvicoles témoin et dynamique. Le traitement dynamique avec une densité de plantation moins importante présente des variations très élevées dans les cernes près de la moelle constituant le bois juvénile. Cette tendance peut être liée à la résistance au vent, ce qui n'est pas le cas pour le témoin. Dans le bois mature les variations de la densité deviennent plus ou moins constantes chez le témoin, contrairement au traitement dynamique où la densité tend à augmenter linéairement vers l'écorce. Pour l'Okoumé le profil montre également des variations élevées dans les cernes près de la moelle. Celles-ci diminuent vers un minimum, puis augmente et tendent à devenir constantes vers l'écorce. La densité moyenne du Kévazingo décrit une tendance à deux phases de variation qui montrent une augmentation de la densité dans les premiers cernes près de la moelle, puis une diminution progressive sans stabilisation vers l'écorce.

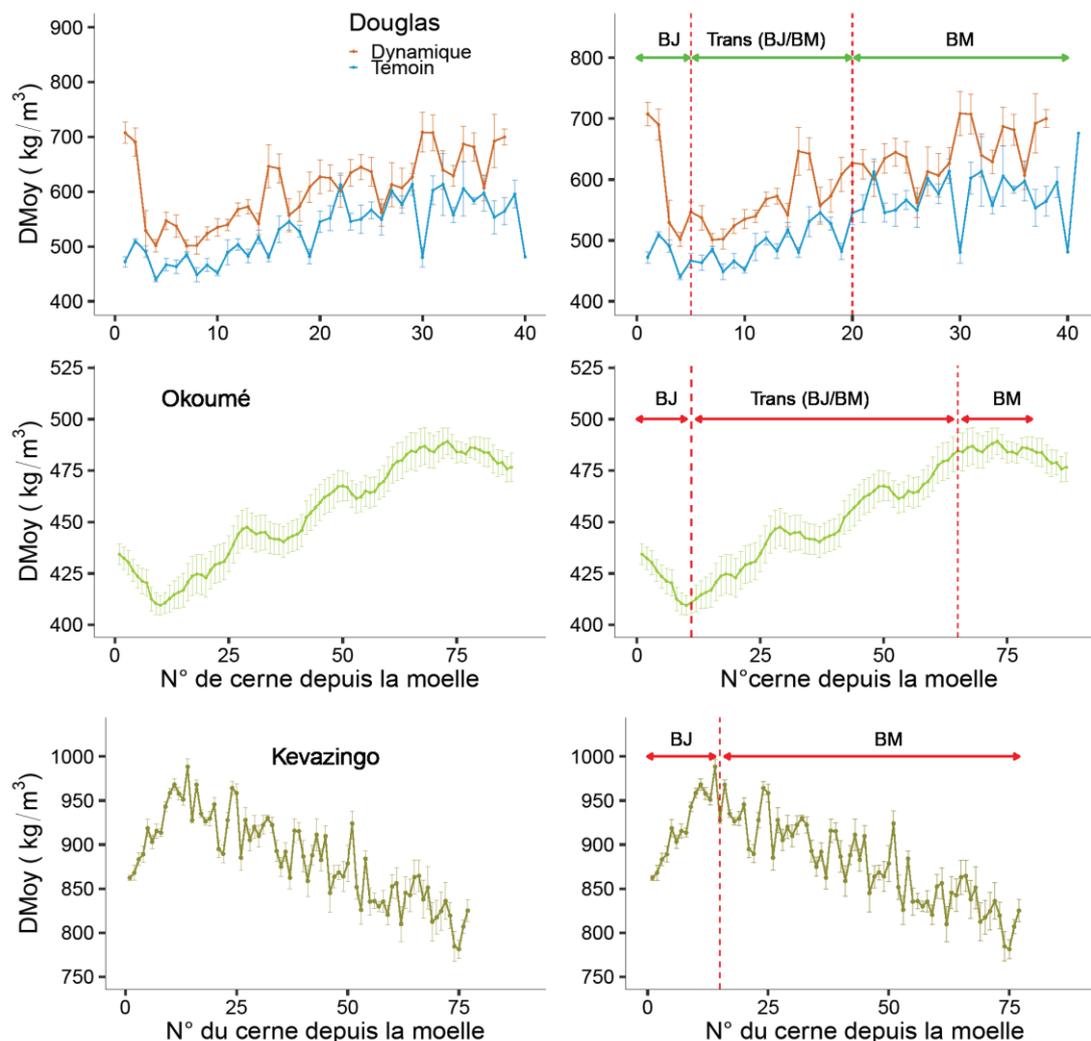


Fig. 4 : Profils des variations radiales de la densité moyenne des cernes du Douglas de l'Okoumé et du Kevazingo. Les barres d'erreur représentent la variabilité induite par l'effet arbre (n= 5 arbres). Les lignes rouges marquent les limites qui correspondent visuellement aux phases de transition. DMoy = densité moyenne des cernes.

Conclusion et perspectives

Les patrons des variations radiales de la densité moyenne des cernes du Douglas, de l'Okoumé et du Kevazingo ont été analysés pour étudier la distribution du bois juvénile et du bois mature le long du rayon. Les observations ont permis d'établir des profils similaires entre les densités des cernes du Douglas et de l'Okoumé, différents du profil du Kevazingo. La densité des cernes étant une caractéristique qui reflète les modifications des propriétés fonctionnelles du bois pouvant survenir au cours de la durée de vie d'un arbre (Hietz, et al, 2013), les profils des variations de la densité des cernes laissent ainsi apparaître que la distribution du bois juvénile-bois mature est lié à la stratégie écologique de l'espèce : le Douglas comme l'Okoumé, sont des espèces à croissance rapide et héliophile. Celles-ci présentent la même distribution bois juvénile-bois mature le long du rayon représenté ici par les variations de la densité. A l'inverse du Kevazingo qui est une essence, à croissance lente et peu tolérante à la lumière. Les travaux de (Hietz, et al 2013; Plourde et al, 2015) ont établis des résultats similaires chez des espèces tropicales. Dans la suite des travaux, des modèles de transition seront ajustés aux profils des

densités des cernes de chaque espèce afin de modéliser la transition bois juvénile-bois mature. Par ailleurs, d'autres paramètres tels que les paramètres anatomiques vont être étudiés pour tenter une interprétation fonctionnelle de la variation de la densité.

Remerciements

Les auteurs remercient l'INRA Nancy Grand Est, l'équipe PHARE de l'UMR SILVA, la plateforme SILVATECH, pour la prise en charge des travaux et l'encadrement. Ainsi que l'ENEF du Gabon pour la participation aux campagnes d'échantillonnage.

References

- Adamopoulos, S. . et al. (2010) « Effect of cambium age and ring width on density and fibre length of black locust and chestnut wood », *Wood Research*, 55(3), p. 25-36.
- Alteyrac, J., Cloutier, A. et Zhang, S. Y. (2006) « Characterization of juvenile wood to mature wood transition age in black spruce (*Picea mariana* (Mill.) B.S.P.) at different stand densities and sampling heights », *Wood Science and Technology*, 40(2), p. 124-138.
- CDAF (2009) DIAGNOSTICS STATIONNEL ET SYLVICOLE: sylvicole et exigences écologiques du douglas.
- Hietz, P., Valencia, R. et Joseph Wright, S. (2013) « Strong radial variation in wood density follows a uniform pattern in two neotropical rain forests », *Functional Ecology*, 27(3), p. 684-692.
- Medzegue, M.-J. (2007) Etude comparative des bois d'Okoumé (*Aucoumea Klaineana* P.) issus des plantations et de la forêt naturelle : anatomie, durabilité naturelle.
- Mothe, F. et al. (1996) Analyse microdensitométrique appliquée au bois : méthode de traitement des données utilisée à l'Inra-ERQB (programme Cerd).
- Plourde, B. T., Boukili, V. K. et Chazdon, R. L. (2015) « Radial changes in wood specific gravity of tropical trees: Inter- and intraspecific variation during secondary succession », *Functional Ecology*, 29(1), p. 111-120.
- Polge, H. (1966) « Établissement des courbes de variation de la densité du bois par exploration densitométrique de radiographies d'échantillons prélevés à la tarière sur des arbres vivants : applications dans les domaines Technologique et Physiologique », *Annales des Sciences Forestières*. Springer Nature, 23(1)
- Tosso, F. et al. (2015) Le genre *Guibourtia* Benn., un taxon à haute valeur commerciale et sociétale (synthèse bibliographique) Félicien, *Biotechnol. Agron. Soc. Environ.*
- Zobel, B. J. et Sprague, J. R. (1998) *Juvenile Wood in Forest Trees*.

C16 : Etude et Modélisation des volumes des écorces

BAUER Rodolphe¹, LONGUETAUD Fleur¹, MOTHE Frédéric¹, BOUVET Alain²,
BILLARD Antoine¹, COLIN Francis¹

¹Université de Lorraine, AgroParisTech, INRA, Silva, 54000 Nancy, France

²FCBA 77420 Champs-sur Marne, France

rodolphe.bauer@inra.fr

Mots clefs : Volume ; Ecorce ; Extractibles ; Modélisation

Contexte et Objectif

Aujourd'hui, le développement de la chimie verte requiert de nouvelles sources de molécules renouvelables. Les extractibles, molécules présentes naturellement dans le bois et qui assurent des fonctions antifongiques, antibactériennes... sont riches et diverses. Il est donc nécessaire d'évaluer leur disponibilité et c'est l'objectif majeur du projet ExtraForEst.

Ce projet est mené par Francis Colin, de l'équipe Silva au sein de l'INRA. Il s'articule autour de trois thèses, une sur les volumes des compartiments riches en extractibles (Silva), une sur les masses volumiques de ces mêmes compartiments (Silva) et, enfin, une sur la concentration en extractibles de ces compartiments (LERMaB). Ainsi, une fois les trois thèses terminées, il suffira de multiplier entre eux les différents résultats pour obtenir la quantité d'extractible disponible. Ceci, couplé avec la participation de l'IGN (Institut Géographique National), et de leurs relevés annuels sur le quart Nord-est de la France, permettra d'obtenir une carte de la ressource, afin de mieux connaître les gisements et de lancer des investissements vers la création d'une filière de ces extractibles. Le projet se concentre uniquement sur cinq essences communes de cette partie de la France, le Chêne (*Quercus petraea*, *Quercus robur*), le Hêtre (*Fagus sylvatica*), le Sapin (*Abies alba*), l'Épicéa (*Picea abies*) et le Douglas (*Pseudotsuga menziesii*).

Nous nous concentrerons ici sur les volumes des compartiments riches en extractibles. Ces compartiments sont : le duramen, les nœuds et les écorces (Kebbi-Benkeder 2015). Le duramen est un compartiment dont le volume est déjà abondamment traité par la littérature, il nous reste donc à traiter les nœuds et les écorces, nous parlerons ici des écorces. Enfin, le présent article ne traitera que de l'une des cinq essences, *Abies alba*.

Matériel et Méthode

Afin de construire des modèles solides de volumes d'écorce, nous avons utilisé plusieurs bases de données. Ces bases de données contiennent des mesures d'épaisseurs d'écorce obtenues à différentes hauteurs (y compris 1,3m). En outre, nous disposons aussi de données issues des inventaires de l'IGN, qui ne comprennent, elles, que des mesures à 1,3m. Différentes méthodes ont été utilisées pour obtenir ces données. Le tableau résume toutes ces données

Emerge

Emerge est un projet, achevé en 2013, qui avait pour but d'estimer la biomasse totale disponible dans les forêts françaises. De nombreuses données anciennes ont été collectées dans le cadre de ce projet et certaines d'entre elles contiennent des mesures d'épaisseur d'écorce et de diamètre de tige à différentes hauteurs dans l'arbre. Le projet a été mené par l'ONF avec le soutien de l'ANR.

Tab. 1 : Résumé des données pour le Sapin (*Abies Alba*)

Base de données	Origine des données	Nombre de mesures	Nombre d'arbres	Type de mesure	Méthode de mesure
Emerge	CTFT	2 080	81	Epaisseur d'écorce et diamètre de tige à différentes hauteurs	Jauge à écorce
	INRA	298	21	Epaisseur d'écorce et diamètre de tige à différentes hauteurs	Ecorçage
	FCBA	2 553	233	Epaisseur d'écorce et diamètre de tige à différentes hauteurs	Jauge à écorce
	Total	4 931	375		
IGN	IGN	20 990	20 990	Epaisseur d'écorce et diamètre de la tige à 1m30	Jauge à écorce

Jauge à écorce

La jauge à écorce est un instrument de mesure de l'épaisseur d'écorce. Elle est assez simple d'utilisation et permet la production rapide de beaucoup de mesures. Cependant, sa précision est peu élevée (Stängle et al 2016). En effet, il n'y a qu'une mesure d'écorce par hauteur, cela ne prend donc pas en compte les variations la même hauteur et la mesure est elle-même dépendante de l'utilisateur. Cette méthode est celle de l'IGN, du CTFT et du FCBA.

Ecorçage

L'écorçage est la méthode qui a été utilisée pour les mesures INRA. Elle consiste à mesurer une première fois le diamètre sur écorce à une hauteur donnée puis à retirer l'écorce et à mesurer le diamètre sous écorce. Cela permet d'obtenir par différence l'épaisseur d'écorce. Cette mesure ne tient pas compte des irrégularités dans l'épaisseur d'écorce.

Calcul du volume d'écorce

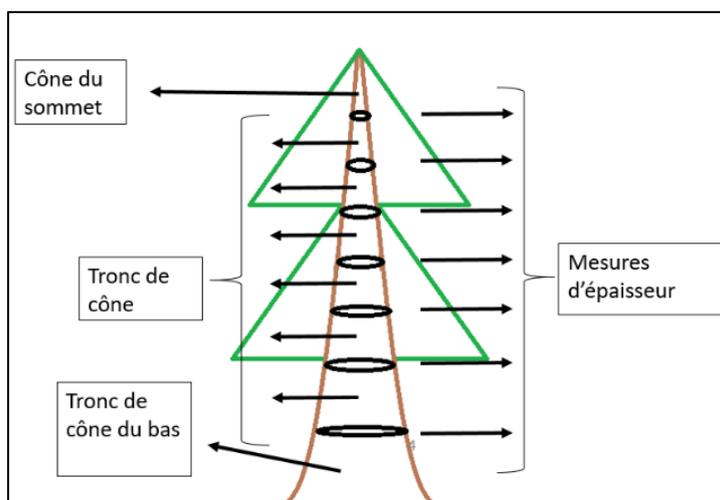


Fig. 1 : Schéma de modélisation d'une tige modélisée par une suite de tronc de cône

Afin de calculer le volume d'écorce, les mesures d'épaisseur d'écorce ont été converties en surface en supposant que la tige sur et sous écorce a la forme d'un disque. Une fois ces surfaces

obtenues, nous avons supposé que le tronc d'un arbre pouvait se modéliser par une suite de troncs de cône, comme indiqué sur la figure 1. Le sommet de l'arbre est modélisé par un cône, en utilisant la hauteur totale et la dernière mesure de surface. Enfin, le bas de l'arbre est modélisé par un tronc de cône ayant comme base, l'arbre au niveau du sol et comme sommet la dernière mesure de surface effectuée. La surface au niveau du sol n'étant pas connue, elle est extrapolée à partir des deux mesures les plus basses de l'arbre. En sommant tous ces volumes, nous obtenons les volumes sur et sous-écorce dont la différence donne le volume d'écorce.

Résultats et Discussion

Modélisation de la relation entre l'épaisseur d'écorce à 1m30 et le diamètre à 1m30

L'épaisseur d'écorce à 1m30 (E130) n'est pas toujours mesurée. Cependant, elle permet d'avoir plus de précision sur le calcul du volume d'écorce, comme nous le verrons plus loin. Il est donc intéressant de voir si nous pouvons la modéliser à partir du diamètre de la tige à 1m30 (D130) et de l'altitude (alt). Nous avons testé une relation linéaire mais le modèle en puissance présenté dans la figure. 2 (gauche) donnait de meilleurs résultats. L'analyse a montré que le premier paramètre augmentait avec l'altitude (alt), ce qui nous a conduit au modèle de la Fig. 2 (droite)

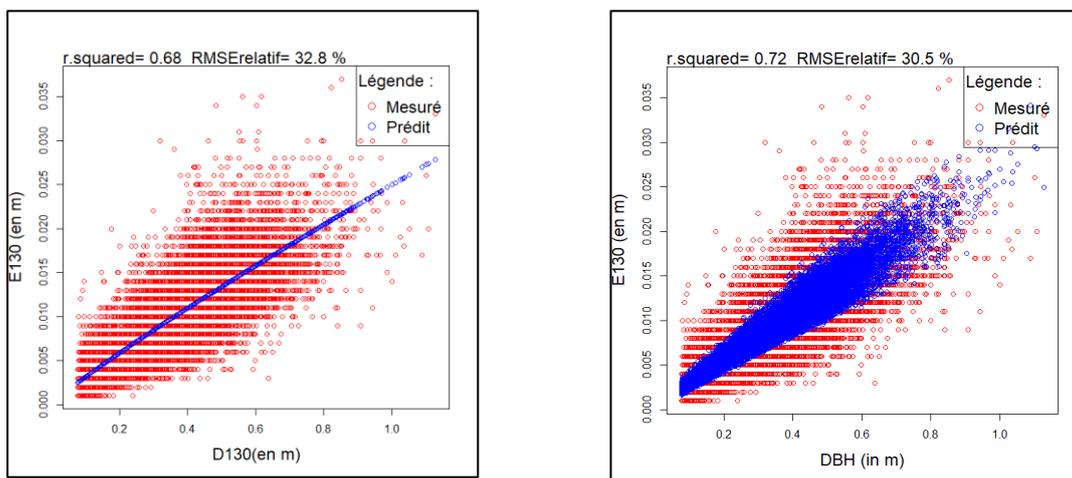


Fig. 2 : Résultats des modèles : $E130=a \cdot D130^b$ (à gauche) et $E130=(a \cdot \text{alt}+b) \cdot D130^c$ (à droite)

En ajoutant l'altitude dans la modélisation nous augmentons légèrement la précision du modèle. L'altitude a un effet sur l'épaisseur d'écorce néanmoins bien plus faible que celui de la taille de l'arbre. Le RMSE relatif ne diminue en effet que de 2 % entre les deux modélisations.

Modélisation de la relation entre le volume d'écorce et le diamètre à 1m30, l'épaisseur d'écorce à 1m30 et la hauteur totale

Afin de construire notre modèle, nous avons tout d'abord considéré de manière géométrique l'arbre, comme représenté dans la Fig. 3. Ainsi, en supposant que celui-ci est un cône, nous pouvons écrire le volume d'écorce comme la différence des cônes sur et sous-écorce. En ramenant cette formule aux mesures à 1m30 par une règle de trois nous obtenons l'Equation. 1.

$$V_e = \frac{\pi}{3} \cdot \frac{H_{tot}^3}{(H_{tot}-1,3)^2} \cdot E130 \cdot [D130 - E130] \text{ Eq. 1}$$

En supposant $H_{tot} \gg 1.3$ et $D130 \gg E130$, nous obtenons l'Eq. 2.

$$V_e = \frac{\pi}{3} \cdot H_{tot} \cdot E130 \cdot D130 \text{ Eq. 2}$$

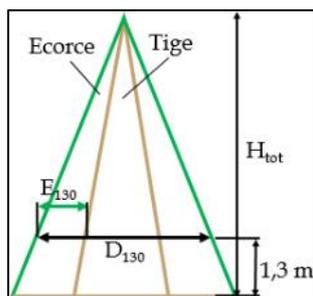


Fig. 3 : Schéma de modélisation d'une tige modélisée par une suite de troncs de cône

Les modèles obtenus donnant des résultats équivalents, voir un peu meilleurs dans le cas de l'Equation. 2, nous adopterons cette équation, plus simple.

Enfin, lorsque E130 n'est pas disponible, nous devons le remplacer par sa valeur estimée par la relation obtenue précédemment. Cela nous donne les deux modèles présentés dans la figure 4.

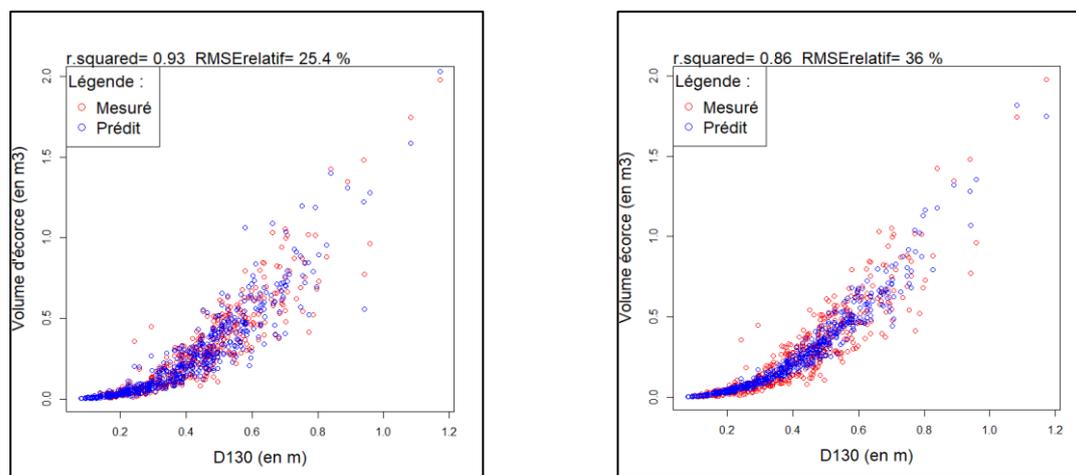


Fig. 4 : Résultats pour $V_e = a * D130 * E130 * H_{tot} + b$ (gauche) et $V_e = a * (k * alt + l) * H_{tot} * D130^c + b$ (droite)

Bien que l'erreur relative soit importante, le modèle donne de très bons résultats lorsque E130 est mesuré ($R^2 > 0.90$, RMSE relatif = 25%). Sans cette mesure, les indicateurs diminuent (-0.07 sur le R^2 , +11 sur le RMSE relatif) mais le modèle reste globalement satisfaisant.

Conclusion et perspectives

Les modèles obtenus, bien que présentant des faiblesses restent bons et peuvent être utilisés dans une optique plus large. Nous avons vu que l'altitude a bien un effet sur l'épaisseur d'écorce à 1m30, même si cet effet semble en grande partie déjà expliqué par le D130. Nous ferons ensuite une validation croisée sur le modèle et les mêmes modèles seront ensuite ajustés sur les autres essences du projet, Epicéa, Douglas, Chêne et Hêtre.

Références

- Stängle S, Weiskittel A, Dormann C, Brüchert F. 2016 : Measurement and prediction of bark thickness in *Picea abies*: assessment of accuracy, precision, and sample size requirements *Can. J. For. Res.* 46: 39-47
- Zineb Kebbi-Benkeder. Biodiversité interspécifique et intraspécifique des extractibles nodaux. Sylviculture, foresterie. AgroParisTech, 2015.

C17 : Valorisation des ressources forestières régionales pour la production de moules de cuisson en bois déroulé

Anne Lavalette¹, Olivier de Bussac¹, Nathalie Boizot², Jean-Paul Charpentier², Vanina Guérin², Françoise Laurans², Vincent Segura², Annabelle Déjardin², Jean-Charles Bastien², Agnès Chartier³, Emilie Destandau³, Laetitia Fougere³, Antoine Hubert⁴, Eric de La Rochère⁴, Gilles Pilate²

¹Panibois, www.panibois.com, 3 rue des Vignes – 45240 Marcilly en Villette

²UMR BioForA, INRA, ONF, 45075 Orléans, France

³Institut de Chimie Organique et Analytique (ICOA-UMR 7311)
Université d'Orléans-pole de chimie, 45067 Orléans, France

⁴Arbocentre, 2163 Avenue de la Pomme de Pin, CS 40001 Ardon, 45075 Orléans
anne.lavalette@panibois.com

Mots clefs : Ressource locale, odeur, peluchage, couleur, SPIR

Contexte et objectifs

L'entreprise Panibois, située en région Centre, est spécialisée dans la production de moules de cuisson à partir de feuilles de bois déroulé mises en forme et collées. Les moules sont ensuite utilisés dans divers corps de l'industrie alimentaire (boulangers, pâtisseries, charcutiers, traiteurs etc.). La fabrication des moules répond à des critères de qualité exigeants :

- Bonne tenue mécanique des feuilles, afin de ne pas casser lors de la mise en forme des moules, lors de leur séchage ou lors de leur utilisation (manipulation, cuisson).
- Bois pelucheux à éviter, ils ont un aspect visuel non apprécié des clients et peuvent polluer le contenu des moules destiné à être consommé.
- Bois ayant une odeur désagréable à proscrire. L'odeur dégagée peut se transmettre aux aliments lors de la cuisson. Elle dévalorise le produit artisanal, même si le bois reste apte au contact alimentaire.
- Enfin la couleur des feuilles doit être claire, selon les attentes des clients.

Le bois provient aujourd'hui de Russie où le tremble (*Populus Tremula* L.) répond à tous les critères souhaités. Les bois français testés jusqu'ici et notamment les peupliers (I214, Robusta, Blanc du Poitou) engendrent des problèmes qualitatifs. Souvent les bois reçus sont pelucheux, de couleur foncée ou dégagent une forte odeur non acceptée pour la commercialisation des moules de cuisson. Panibois a la volonté de réaliser des produits 100% français avec des essences de bois locales. De plus, pour des raisons de procédé de fabrication, les feuilles de bois importées de Sibérie doivent être congelées à l'état vert puis transportées en France en camion frigorifique. Ce mode de transport génère des frais et une empreinte écologique que l'entreprise souhaite réduire.

Matériel et méthode

Jusqu'ici seuls les clones de peupliers les plus fréquemment utilisés ont été testés en production. L'étude envisagée a pour objectif d'élargir la recherche à des clones moins connus, moins exploités ou en cours de développement afin de trouver un bois français correspondant à l'application développée en région Centre. L'accent est mis sur la qualité et non sur la quantité de la matière première. A l'inverse des recherches productivistes des plantations historiques, Panibois recherche un bois à pousse lente, afin de favoriser ses propriétés techniques aussi bien que son aspect. Certains clones de peuplier pourraient avoir les critères qualité demandés sans pour autant être plantés ou présents en quantités significatives car ils ne correspondent pas à la demande actuelle du marché.

Une première phase de préparation en lien avec les acteurs locaux de la filière (Arbocentre, entreprises de déroulage) a permis de se procurer la matière première nécessaire pour initier l'étude. L'identité du matériel a été vérifiée par l'analyse de marqueurs moléculaires. Des feuilles de bois déroulé présentant des réponses contrastées en terme d'odeur / peluchage / couleur ont été sélectionnées par Panibois. En parallèle, une centaine d'échantillons a été choisie en fonction des critères espèce / clone / provenance / aubier / duramen / hauteur dans l'arbre.

La seconde partie de cette étude consiste à identifier au niveau moléculaire les éléments responsables des propriétés de la ressource. Il est probable que l'odeur du bois résulte de l'émission de composés volatils, exacerbée par la température élevée pendant la cuisson des aliments placés dans les moules. Ces composés et leurs précurseurs font partie des extractibles du bois qui ont été déterminés chez le peuplier dans de rares études (Fernandez 2001, Yanchuk 1988). L'identification des molécules volatiles présentes dans les échantillons sélectionnés est réalisée par différentes techniques telles que la micro-extraction en phase solide mais aussi l'espace de tête dynamique, techniques couplées à de la chromatographie en phase gazeuse et à la spectrométrie de masse. Les premiers résultats ont mis en évidence des cocktails de molécules variées suivant la nature du cultivar et la prise d'échantillon dans le billon (cœur versus aubier, hauteur dans le billon). Les analyses statistiques sont en cours pour déterminer les bio-marqueurs caractéristiques de l'odeur. Quant aux précurseurs non volatils, ils sont analysés et identifiés par la chromatographie en phase liquide couplée à la spectrométrie de masse. Des analyses histochimiques et biochimiques pour identifier les critères moléculaires associés au peluchage sont également en cours. Les résultats obtenus seront corrélés pour identifier la voie biochimique qui conduit à ces composés, puis serviront à établir une calibration en spectroscopie en proche infra-rouge (SPIR) de façon à obtenir une information robuste et rapide directement sur le billon.

Perspectives et suite du projet

Les analyses réalisées ont pour objectif de développer des tests permettant d'évaluer, sur un nombre important d'échantillons de bois régionaux les propriétés d'odeur, de peluchage et de couleur. Concernant l'odeur et le peluchage de surface, les tests seront basés sur la mise en place de modèles de calibration en SPIR. Pour la couleur, une évaluation en spectrométrie permet déjà de tester facilement un grand nombre d'échantillons. La SPIR est une technique d'analyse rapide, peu coûteuse et non destructive qui permet de connaître la composition chimique des matériaux et notamment les propriétés du bois (Tsuchikawa 2015). Les courbes de calibration en SPIR permettront le criblage d'un grand nombre d'échantillons représentatifs des ressources existantes (cultivars de peuplier et tremble) afin d'identifier les essences ou variétés locales ayant des caractéristiques acceptables concernant l'odeur, le peluchage de surface et la couleur du bois.

Les ressources présentant des propriétés satisfaisantes pour les 3 critères qualité sélectionnés (odeur, peluchage, couleur) seront testées en production dans l'entreprise Panibois pour évaluer leurs propriétés mécaniques et leur aptitude à la mise en forme de moules de cuisson. Les finalités de cette étude visent à développer un nouveau débouché pour les ressources en bois locale existantes afin de résoudre les problèmes d'approvisionnement en matière première de Panibois. Le travail mené pour cette application industrielle peut déboucher sur l'utilisation d'une ou plusieurs essences moins connues ou sur des plantations de peupliers en région. Le tremble français pourrait également être un candidat potentiel pour des applications telles la fabrication des moules de cuisson. Cette essence sera également incluse à la présente étude ainsi que les clones de peupliers en cours de sélection dans le programme d'amélioration de l'espèce.

Remerciements

Ce projet est financé par la région Centre Val de Loire (Projet OPeNSPeNU 2016 - 00108472).

Références

Fernandez M.P., Watson P.A., Breuil C. (2001) Gas chromatography–mass spectrometry method for the simultaneous determination of wood extractive compounds in quaking aspen, *Journal of Chromatography A*, volume 922, pp 225-233.

Tsuchikawa S. et Kobori H. (2015) A review of recent application of near infrared spectroscopy to wood science and technology *Journal of Wood Science*, volume 61, pp 213-220.

Yanchuk A.D., Spilda I., Micko M.M. (1988) Genetic variation of extractives in the wood of trembling aspen, *Wood Science and Technology*, volume 22, pp 67-71.

Session poster D – Mercredi 20 Novembre

D01 : Approche prospectiviste dans la conception de filière alternative : Application au cas de la lignine

MARCHE Brunelle¹, ARRIETA-ESCOBAR Javier A.¹, BOLY Vincent ¹, SOLARTE-TORO Juan Camilo², CARDONA ALZATE Carlos Ariel²,

¹ERPI (Équipe de Recherche des Processus Innovatifs), Université de Lorraine, 8, rue Bastien Lepage, 54000 Nancy Cedex, France.

²Instituto de Biotecnología y Agroindustria, Departamento de Ingeniería Química, Universidad Nacional de Colombia, Manizales, Caldas, Zip Code: 170003, Colombia.
brunelle.marche@univ-lorraine.fr

Mots clefs : lignine ; filière ; prospective ; produits biosourcés

Introduction

À l'échelle de la planète, les deux premières utilisations du bois sont la production d'énergie et les matériaux (construction, meubles, papier...). Les usages dédiés à la chimie sont plus discrets et consomment des volumes de matière bien inférieurs, mais peuvent répondre à des besoins spécifiques et être créateurs de valeur. La chimie du bois présente un ensemble de débouchés potentiels dont le succès dépendra de progrès technologiques des procédés de production et de la maîtrise de leurs coûts (de Cherisey, 2015).

Dans cette optique, cette recherche se concentre sur la valorisation du bois. Le bois est un composite naturel qui contient plusieurs constituants structuraux : Cellulose (40 à 50 % de la masse du bois), l'hémicellulose (20 à 30 % de la masse du bois) et la lignine (20 à 30 % de la masse du bois). La cellulose sous forme de micro fibrilles correspond à l'armature de la paroi. Les hémicelluloses et la lignine composent une matrice dans laquelle est noyée cette armature cellulosique. Étant donné sa structure phénolique et sa disponibilité en tant que ressource, la lignine présente un fort potentiel pour remplacer les produits issus du pétrole. Cependant, la structure complexe de ce polymère naturel ainsi que la diversité des procédés d'obtention limitent sa valorisation en tant que matériau. L'isolation, la purification et la caractérisation des lignines constituent un réel défi (Condassamy, 2015).

Dans le domaine des matériaux et des polymères, il existe actuellement une demande forte pour substituer les additifs et stabilisants pétrosourcés par des molécules ayant un impact environnemental plus favorable. C'est dans cette optique que nous cherchons à aborder les différents aspects du développement de nouveaux matériaux/produits en déterminant les variables qui vont impacter la conception et la mise en œuvre de la future filière.

Méthodologie

À tout instant, la filière peut être caractérisée par ses acteurs, ses processus, ses flux et la valeur qu'elle génère (Marche et al. 2017) afin de décrire sa structure et sa dynamique de fonctionnement. De manière générale, les filières considérées pour fabriquer des produits lignifiés incluent les éléments suivants : les sites de culture de la biomasse, des sites de stockage de la biomasse, des usines de prétraitements de la biomasse (bioraffineries), des sites de stockage de produits intermédiaires, des usines de production du produit final et des centres de demandes. Entre chaque élément circulent des matières premières et des produits intermédiaires (Panteli, Giarola, & Shah, 2017, 2018). Pour étudier la faisabilité de la filière, une cartographie des entreprises pouvant potentiellement intervenir dans l'approvisionnement des différentes

matières premières nécessaires à la fabrication de ce produit innovant a été réalisée. Pour résumer, notre étude peut se schématiser de la manière suivante (Fig. 1) :

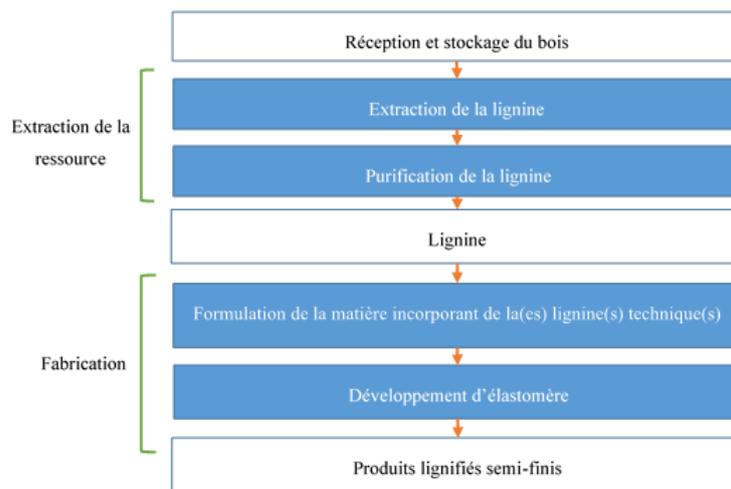


Fig. 1 : Blocs de la filière

Basés sur l'avis d'experts (sélectionnés selon leurs expertises et leur position au sein de la filière) nous avons étudié l'influence des différentes variables sur la future filière en fonction du rôle joué par les acteurs dans la filière (culture de la biomasse, prétraitement de la biomasse, production du produit final lignifié).

Résultats

En se basant sur les données collectées dans la partie précédente, une cartographie des entreprises susceptibles d'intervenir dans la future filière est proposée (Fig. 2). Les nœuds représentent les types de fournisseurs (fournisseurs CBS, fournisseurs d'hydroxyde de sodium par exemple). À chacune de ces typologies sont rattachées les entreprises susceptibles de fournir la matière en question. Notons que dans notre cas, les entreprises recensées fournissant de la lignine sont les entreprises pouvant fabriquer la lignine alors que les entreprises fournissant des produits chimiques sont uniquement les entreprises chargées de la vente. Chaque typologie, par l'intermédiaire de son nœud, est reliée aux autres via des liens qui représentent les flux de produits. Ainsi, nous identifions la faisabilité technique de la filière en visualisant la présence de fournisseurs sur le marché, la disponibilité de la matière au sein de la filière, les relations entre les différents acteurs de la filière et la longueur de la filière. En même temps, nous posons les bases des différents scénarios prospectifs en identifiant les « points critiques » de la filière, c'est-à-dire ceux qui nécessitent une attention particulière lors de la conception de la filière.

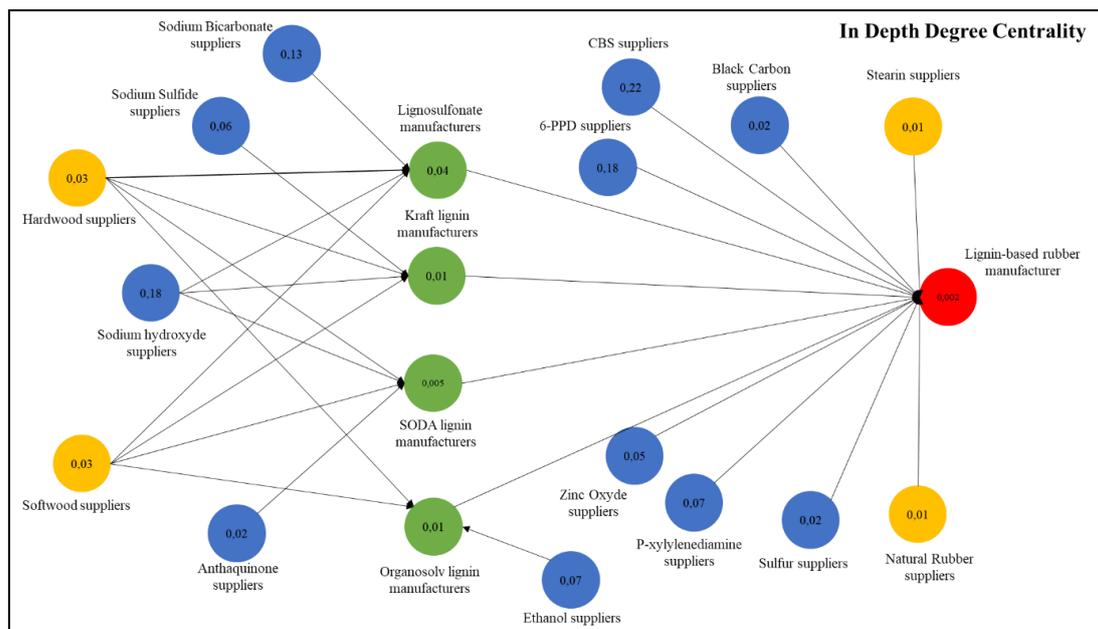


Fig. 3. Représentation de la capacité d’approvisionnement de la filière basée sur une étude de la centralité en degré

Conclusions

Les fournisseurs de matières végétales sont des acteurs à risque qu’il faut considérer avec attention lors de la conception de la future filière. Il y a peu de risques d’approvisionnement en éléments chimiques. Toutefois, certaines lignines présentent moins de risque que d’autres en termes d’approvisionnement. D’un point de vue exclusivement logistique, la lignosulfonate semble être la solution la moins risquée pour la filière. Toutefois, ce point de vue est nécessaire, mais pas suffisant pour prendre des décisions sur la future filière. De cette façon, les risques d’approvisionnement au sein de la filière peuvent être atténués, car les besoins en matières ne sont pas équivalents.

Références

- Condassamy, O. (2015). Valorisation d’une lignine alcaline industrielle : Vers le développement de nouveaux synthons et oligomères biosourcés issus de la lignine (PhD Thesis). Retrieved from <http://www.theses.fr/2015BORD0265/document>
- de Cherisey, H. (2015). État de l’art sur la production de molécules chimiques issues du bois en France—Rapport (p. 149). ADEME.
- Marche, B., Boly, V., Morel, L., & Ortt, J. R. (2017). Innovative product’s supply chain: How to model it. 2017 International Conference on Engineering, Technology and Innovation (ICE/ITMC), 177–188. <https://doi.org/10.1109/ICE.2017.8279887>
- Panteli, A., Giarola, S., & Shah, N. (2017). Biobased Supply Chain Optimisation Model under Uncertainties. In A. Espuña, M. Graells, & L. Puigjaner (Eds.), *Computer Aided Chemical Engineering* (pp. 961–966). <https://doi.org/10.1016/B978-0-444-63965-3.50162-8>
- Panteli, A., Giarola, S., & Shah, N. (2018). Supply Chain Mixed Integer Linear Program Model Integrating a Biorefining Technology Superstructure. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 57 (30), 9849–9865. <https://doi.org/10.1021/acs.iecr.7b05228>

D02 : Sorption et diffusion d'humidité de 5 essences de bois d'Afrique Centrale

Simo-Tagne Merlin¹, Rémond Romain¹

¹ Université de Lorraine, LERMAB, ENSTIB, 27 rue Philippe Séguin, 88051 Epinal, France

romain.remond@univ-lorraine.fr

Mots clefs : Isotherme de sorption ; diffusion d'humidité ; bois ; Afrique Centrale

Contexte et objectifs

La consommation d'énergie dans le secteur du bâtiment (résidentiel et tertiaire) ne cesse de croître pour accompagner la croissance des surfaces construites et le niveau de confort souhaité. À Douala-Cameroun, la climatisation est la principale source de consommation d'énergie dans les bâtiments, avec 56% de la consommation totale d'énergie (Akata et al. 2017). L'amélioration de l'efficacité énergétique des bâtiments est donc cruciale. La construction bois permet la réalisation de bâtiments performants au niveau thermique, bon marché, facile à mettre en œuvre sur chantier. En outre la forte hygroscopicité de ce matériau pourrait permettre de réduire l'énergie nécessaire pour refroidir le bâtiment et améliore également la qualité de l'air intérieur (Osanyintola et al. 2006). Malgré, ces performances, une ressource abondante en Afrique Centrale et un niveau de transformation des bois en progression, le bois reste peu utilisé dans le secteur du bâtiment. Pour favoriser l'utilisation du bois d'œuvre dans la construction, il est important de connaître évidemment ses propriétés mécaniques, thermiques, sa durabilité mais aussi la relation entre l'eau et le bois afin d'anticiper son comportement lorsqu'il est soumis aux conditions variables de son environnement. C'est là l'enjeu de ce travail qui vise à caractériser l'isotherme de sorption (courbe d'humidité d'équilibre) et la diffusion d'humidité de plusieurs essences d'Afrique Centrale ayant un taux de prélèvement encore modéré.

Matériel et méthode

Des échantillons de 5 essences venant du Cameroun ont été caractérisées dans ce travail : Padouk, Bibolo (Dibetou), Moabi, Doussié, Bilinga.

L'isotherme de sorption a été étudiée à l'aide de balances DVS Intrinsic (société Surface Measurement Systems). La température et l'humidité relative autour de l'échantillon sont contrôlées et le système suit l'évolution de la masse de l'échantillon. L'échantillon est constitué d'environ 40mg de fibres. A température constante (35°C ici), une séquence de paliers en humidité relative (RH) est effectuée entre 0% et 90% puis entre 90% et 0% par palier de 15%. Le système passe au palier suivant lorsque la condition d'équilibre est atteinte. Ici, elle a été fixée à une variation de masse par minute (dm/dt) de 0.0003%. Une répétition est faite pour chaque essence.

Une expression simplifiée du modèle de Hailwood-Horrobin (Hailwood and Horrobin 1946) est utilisée dans ce travail pour décrire l'isotherme de sorption. Le rapport entre la teneur en eau à l'équilibre du bois (EMC) et l'RH mesurées est représenté en fonction l'RH. La parabole obtenue (eq. 1) est ensuite ajustée sur les points mesurés en ajustant, par la méthode des moindres carrés, les valeurs des constantes empiriques A_k , B_k et C_k . L'indice k indique le sens des variations de RH avec (+) pour l'adsorption ou (-) pour la désorption.

$$\frac{RH}{EMC} = A_k + B_k \cdot RH - C_k \cdot RH^2 \quad (1)$$

Le coefficient de diffusion de l'eau liée (aussi dénommée perméabilité à la vapeur (physique du bâtiment)) a été mesuré en régime transitoire par la méthode de sorption à l'aide d'une balance à suspension magnétique (Rubotherm, capacité maximale 25g, résolution de 0,01 mg). Dans ce travail, les échantillons avaient des dimensions de 30mm x 30mm x 3mm. Leur épaisseur est orientée de telle manière à ce qu'elle corresponde à l'une des directions matérielles du bois (radiale ou tangentielle). L'échantillon, placé dans une enceinte climatique, est attaché à un crochet suspendu à la partie inférieure de l'électroaimant. La mesure consiste à suivre la masse de l'échantillon lorsqu'il est soumis à un échelon d'humidité relative à température constante (typiquement ici 35°C, et palier d'RH entre 40% et 75%). La vitesse avec laquelle l'échantillon tend vers sa nouvelle humidité d'équilibre est utilisée pour déterminer le coefficient de diffusion via une solution analytique de la « seconde loi de Fick ». Des informations détaillées de la méthode employée sont disponibles dans Agoua et al. (2001) et Rémond et Almeida (2011).

Résultats et discussion

La Fig. 1 montre que le Doussier et le Padouk sont légèrement moins hygroscopique que les autres essences de cette étude avec une humidité d'équilibre à 90% de RH d'environ 14% (EMC). Cette plus faible hygroscopicité avec l'eau peut apparaître comme un avantage pour une utilisation extérieure. Le tableau 1 donne les paramètres du modèle d'Hailwood-Horrobin pour modéliser à travers l'eq.1 les isothermes d'adsorption et de désorption à 35°C de ces cinq essences.

Concernant le coefficient de diffusion de l'eau liée (Fig.2), les valeurs obtenus sont relativement faible exceptée pour le Bibolo. On retrouve dans ces résultats une assez bonne corrélation entre la valeur du coefficient de diffusion obtenue et les masse volumique de l'essence.

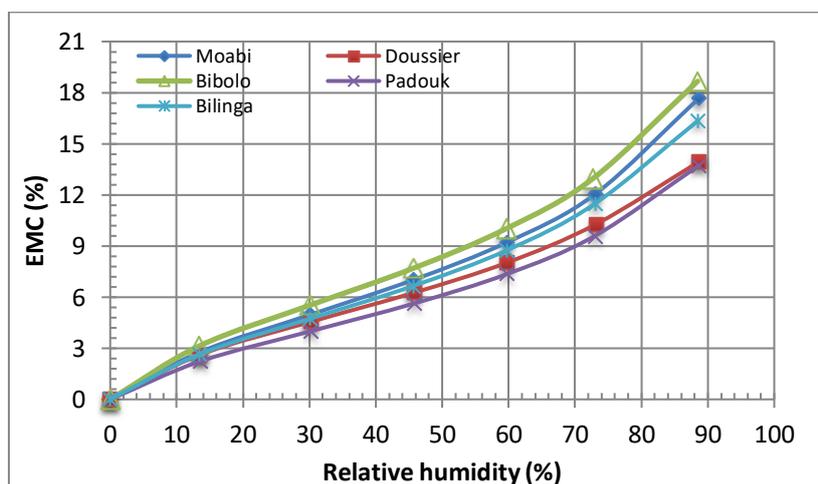


Fig. 1 : Isotherme d'adsorption à 35°C

Tab. 1 : Valeurs des paramètres du modèle d'Hailwood-Horrobin (eq.1).

Species	(boundary curves)*					
	Adsorption			Desorption		
	A ₊	B ₊	C ₊	A.	B.	C.
Padouk	4.49	14.05	13.35	4.05	7.02	4.88
Bibolo	3.02	11.09	10.34	2.92	5.88	4.35
Moabi	3.50	11.86	11.46	3.51	5.39	4.20
Doussié	3.69	13.01	11.29	2.93	7.38	4.01
Bilinga	3.82	11.68	11.19	3.67	5.33	3.84

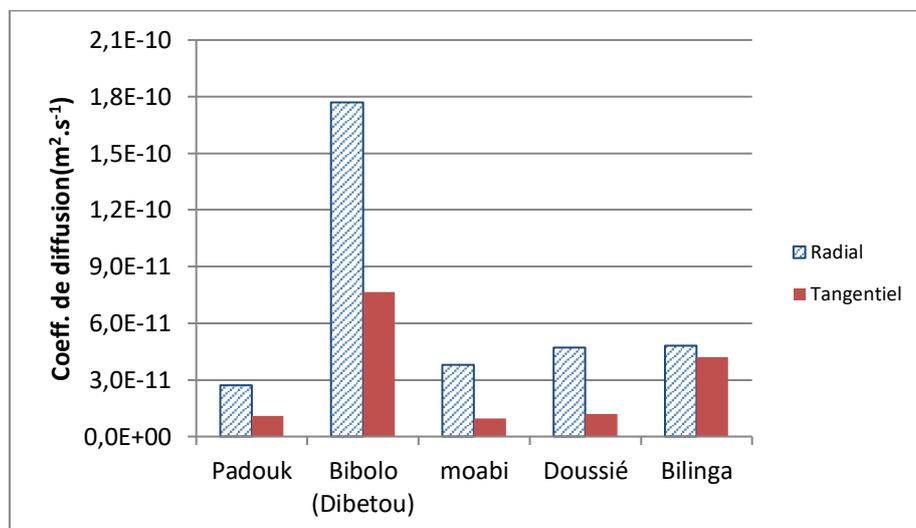


Fig. 2 : Coefficient de diffusion d'eau liée

Conclusion et perspectives

Ces travaux ont permis de caractériser la sorption et le transfert d'humidité d'échantillons de 5 essences d'Afrique centrale. Malgré une quantité relativement faible d'échantillon étudiée dans ce travail, ces résultats permettront d'enrichir une base de données très pauvre actuellement pour ces essences. Ces résultats seront utilisés prochainement pour simuler le comportement de pièces de bois d'œuvre soumises aux conditions fluctuantes de leur environnement.

Remerciements

Nous remercions l'Organisation Internationale des Bois Tropicaux (OIBT) pour avoir participé à rendre possible l'actuel travail.

Références

Agoua, E. (2001) Diffusivité et perméabilité du bois: Validation de méthodologies expérimentales et prise en compte de paramètres morphologiques simples pour la modélisation physique. PhD thesis, ENGREF, Nancy, France.

Akata, A. M. E. A., Njomo, D., & Agrawal, B. (2017). Assessment of Building Integrated Photovoltaic (BIPV) for sustainable energy performance in tropical regions of Cameroon. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 80, 1138-1152.

Osanyintola, O. F., & Simonson, C. J. (2006). Moisture buffering capacity of hygroscopic building materials: Experimental facilities and energy impact. *Energy and Buildings*, 38(10), 1270-1282.

Remond, R., Almeida, G. (2011) Mass diffusivity of low-density fibreboard determined under steady-and unsteady-state conditions: Evidence of dual-scale mechanisms in the diffusion. *Wood Material Science and Engineering*. 6(1-2): 23-33.

D03 : Modification de la couleur du bois de Pin Maritime par traitement à l’ozone

MEHATS Jérémie^{1,2}, CASTETS Laurent², GRAU Etienne¹, GRELIER Stéphane¹

¹ LCPO, ENSCBP, 16 avenue Pey-Berland, 33607 Pessac Cedex

² Gascogne Bois, ZI du Justin, rue de Maïtena, 40260 Castets

jeremy.mehats@gmail.com

Mots clés : Pin Maritime ; Duramen ; Aubier ; Chromophores ; Homogénéisation ; Ozone

Introduction

Le Pin Maritime, ressource principale de la forêt des Landes en Nouvelle Aquitaine, est une essence qui appartient à l’embranchement des conifères et qui a la particularité de posséder un duramen différencié de couleur rouge, contrairement à l’aubier qui lui est plutôt jaune.

Cette différence de couleur est une cause majeure de la dépréciation de sa valeur marchande vis-à-vis de certains usages. Un des enjeux actuels est donc de trouver une méthode adaptée pour homogénéiser la couleur du duramen et de l’aubier du pin maritime.

La couleur d’un matériau vient de sa capacité à absorber et renvoyer certaines longueurs d’onde d’un rayonnement lumineux. D’un point de vue chimique, cela se traduit par la présence de structures chimiques possédant des chromophores capables d’interagir avec ce rayonnement lumineux. Ces structures possèdent des enchaînements de doubles et simples liaisons associées à des groupements chimiques attracteurs ou donneurs d’électrons. Dans le bois il s’agit principalement de la lignine et des extractibles. Par conséquent, les traitements d’homogénéisation de la couleur devront agir sur ces composés.

Plusieurs réactions chimiques sont envisageables pour modifier ou éliminer ces chromophores : des procédés réducteurs utilisant des bisulfites par exemple, ou des procédés oxydants basés sur la chimie des peroxydes ou de l’ozone, retenu dans le cadre de cette étude.

L’ozone diffusant difficilement dans le bois, il est nécessaire de contrôler le pourcentage en eau pour solubiliser l’oxydant et ainsi assurer une bonne efficacité du traitement (Mamleeva N.A. 2018).

Matériels et méthodes

Le bois de Pin maritime (bois séché) a été fourni par la société Gascogne bois (Site de St Symphorien). Le bois a été réduit à l’état de sciure (40 mesh) puis a été conservé en réfrigérateur à -20°C en attente d’être utilisé. Un procédé d’humidification a été mis en place décrit dans les travaux de Ben’ko (2017) : une quantité de sciure a été prélevée, pesée et placée dans un flacon muni d’un bouchon à filetage. Puis une quantité d’eau a été rajoutée, correspondant à un pourcentage massique de bois (exemple : pour un taux de 70% visé et une masse de bois sec de 5g, 3,5g d’eau ont été rajoutés). Les flacons ont ensuite été placés en étuve à 40 °C pendant 1 semaine afin d’équilibrer la quantité d’eau dans la sciure.

Pour le traitement à l’ozone, le montage en Fig.1 a été mis en place. La sciure a été soumise à un flux d’ozone à température ambiante pendant 1h. Afin de piéger l’excédent d’ozone, une fiole contenant une solution d’iodure de potassium a été connectée en sortie de réacteur.

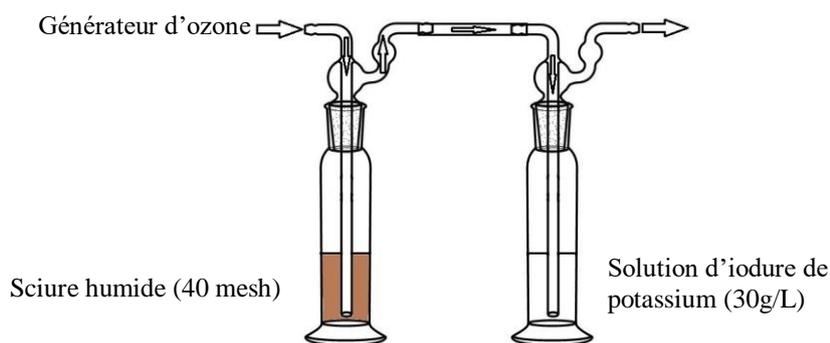


Fig. 12 : Montage de traitement à l'ozone

La sciure traitée a ensuite été placée en étuve à 50°C sous vide pendant 24h. Enfin des analyses de colorimétrie et des analyses de spectroscopie infrarouge (FTIR-ATR) ont été menées. Une homogénéisation de la couleur est atteinte lorsque la différence de chromaticité ΔC^* entre le duramen et l'aubier est proche de 0.

$$\Delta C^* = \sqrt{(a^*_{aubier} - a^*_{duramen})^2 + (b^*_{aubier} - b^*_{duramen})^2}$$

Résultats

Les sciures de duramen et d'aubier ont été humidifiées, la gamme de pourcentage en eau étant comprise entre 70 et 100%. Les spectres infrarouges ont montré, sur les différents échantillons traités, l'apparition d'un épaulement entre 1700 et 1750 cm^{-1} , correspondant à la formation de dérivés carbonylés (Fig.2). La réaction entre l'ozone et les cycles phénoliques de la lignine peut conduire à un clivage hétérolytique des doubles liaisons puis à la formation de groupements acides ou esters ou à la formation de quinones par clivage homolytique, tel que suggéré dans le mécanisme proposé par Figueredo (2019).

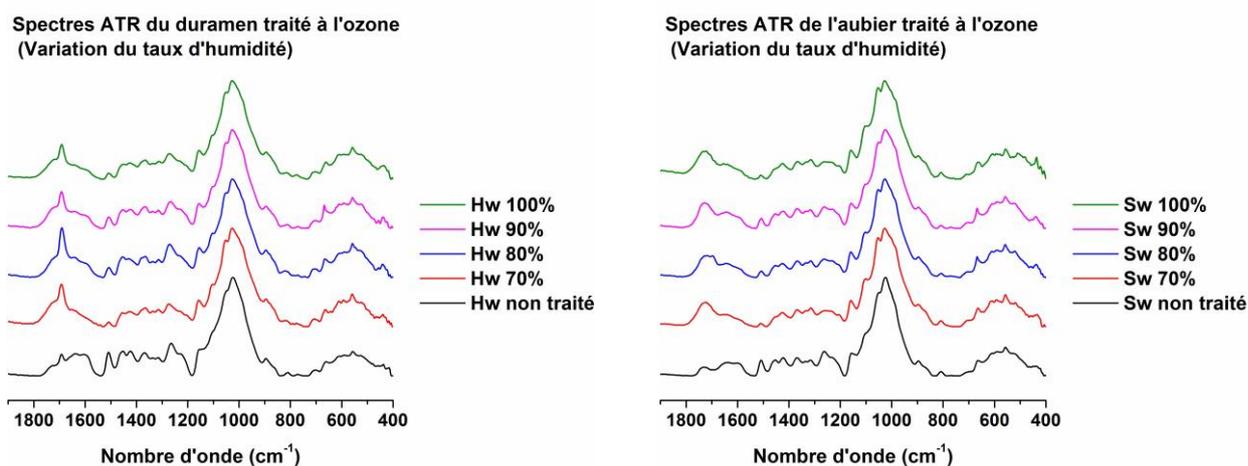


Fig. 13: Spectres ATR des duramen (gauche) et aubier (droite) humidifiés après traitement à l'ozone

Les analyses colorimétriques présentées en Fig.3 montrent l'évolution des paramètres a^* , b^* et ΔC^* après traitement à l'ozone en fonction des différents taux d'humidité.

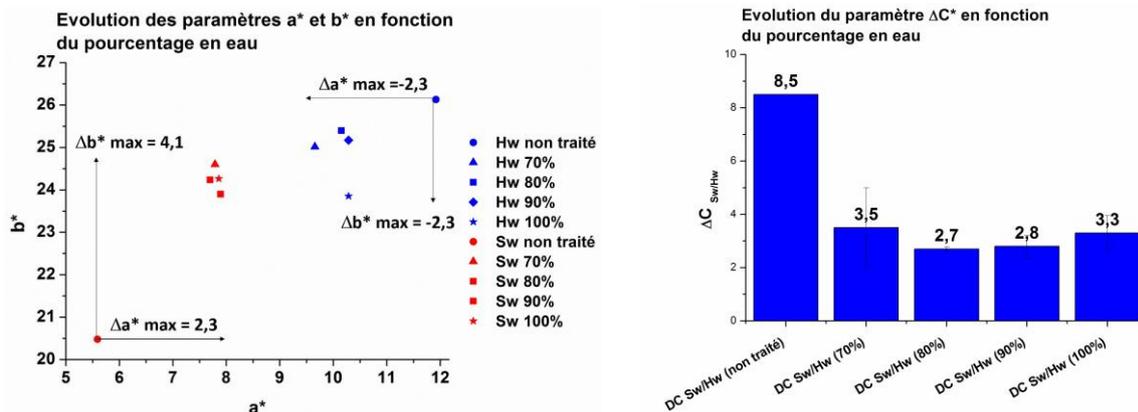


Fig. 14 : Evolution des paramètres a^* , b^* (gauche) et DC^* (droite) en fonction du pourcentage en eau.

Le traitement à l’ozone a pour effet d’homogénéiser la couleur entre le duramen et l’aubier, les paramètres a^* et b^* du duramen diminuent alors que ceux de l’aubier augmentent. Cette homogénéisation se fait sans blanchiment contrairement à un traitement au peroxyde d’hydrogène en milieu alcalin par exemple. Cependant les valeurs de ΔC^* obtenues pour les différents pourcentages ne montrent pas de tendance particulière.

Conclusion et perspectives

Une homogénéisation de la couleur de poudres humidifiées de duramen et d’aubier de pin maritime a pu être réalisée grâce à un traitement à l’ozone. Les spectres infrarouges montrent la formation de composés carbonylés de types acides, esters ou quinones. L’analyse colorimétrie montre que l’homogénéisation se fait sans blanchiment. La température et le pH pourraient être modifiés pour améliorer le traitement ; des extractions des sciures modifiées par l’ozone permettraient d’identifier les produits de dégradation issus de la réaction avec le bois.

Références

D04: Impact du dosage de sciure sur la résistance à la compression d'une brique adobe d'origine gabonaise

ZEMEYONG EMBILEWA Michelle Flore^{1,2}, SOUMBOU Lin Sosthène², EKOMY ANGO Serge², MOUTOU PITTI Rostand^{2,3}

¹Université Franco-gabonaise Saint Exupéry, Libreville, Gabon

²CENAREST, IRT, Libreville, Gabon.

³Université Clermont Auvergne, CNRS, SIGMA Clermont, F63000, Clermont-Ferrand, France.

somboulin@gmail.com, ekomyango@yahoo.fr

Mots clefs : Argile, essai de compression, sciure de bois, okoumé.

Contexte et objectifs

Depuis 2008, les déchets de bois issu de la transformation du bois au Gabon ont quadruplé suite aux nouvelles orientations de l'exploitation du bois au Gabon (Loi n°016/01 et PSGE 2008). Malheureusement, seulement 20 à 30% de ces déchets sont utilisés pour le fonctionnement des scieries et les activités culinaires de la population. Le reste des déchets de bois est brûlé à ciel ouvert 24/24 dans tout le pays, participant ainsi à la dégradation de l'environnement immédiat au moment où l'impact carbone des matériaux construction est d'actualité.

Dans le cadre de ses activités, l'Institut de Recherches Technologiques (IRT) mène des travaux visant à valoriser ses déchets, notamment ceux liés aux matériaux biosourcés. A cet effet, elle travaille sur la mise en place d'une brique adobe à base d'argile et de sciure de bois ayant les meilleures caractéristiques mécaniques et physiques que la brique en terre battue artisanale produite localement. Dans ce travail, nous présentons les résultats préliminaires des essais de compression des échantillons confectionnés à partir de différents pourcentages de sciures d'okoumé et d'argile.

Matériels et méthodes

Les matériaux utilisés pour fabriquer les briques de terre et de sciure de bois sont : (i) l'argile a été prélevée dans la carrière de Banbouchine à Libreville (Fig. 1a) et ensuite séchée à l'étuve (Fig. 1b) ou de façon naturelle (Fig. 1c).



Fig. 1: Argile : collecte de l'argile (a) ; séchage à l'étuve (b) ; séchage naturel

L'argile est broyée (Fig. 2a) puis tamisée à l'aide d'un tamis de 1 mm (Fig. 2b). Ensuite, l'argile tamisée après ces opérations a été mélangée à la sciure de bois d'okoumé (Fig. 2c) avant le malaxage. L'argile retenue pour la confection des éprouvettes a été étudiée par l'Institut de Recherches Technologiques du Centre National de la Recherche Scientifique en 2010, c'est une argile kaolinite colorée plus indiquée pour la fabrication des tuiles et des briques. (ii) La sciure de trois essences (okoumé) à 15%.



Fig. 2: dispositif expérimental : broyage (a) ; tamisage (b) ; malaxage (c) ; moulage à l'aide d'un moule cylindrique (d) ; briquette fraîche (e) ; briquette séchée (d)

Résultats et discussions

Dans la présente étude, trois dosages en pourcentages des matériaux suivants ont été utilisés : dosage 1 : (i) 85% d'argile et 15 % de sciures noté 85(a)/15(s) ; (ii) 80% d'argile et 20 % de sciures noté 80(a)/20(s) ; et enfin (iii) 75% d'argile et 25% de sciures noté 75(a)/25(s).

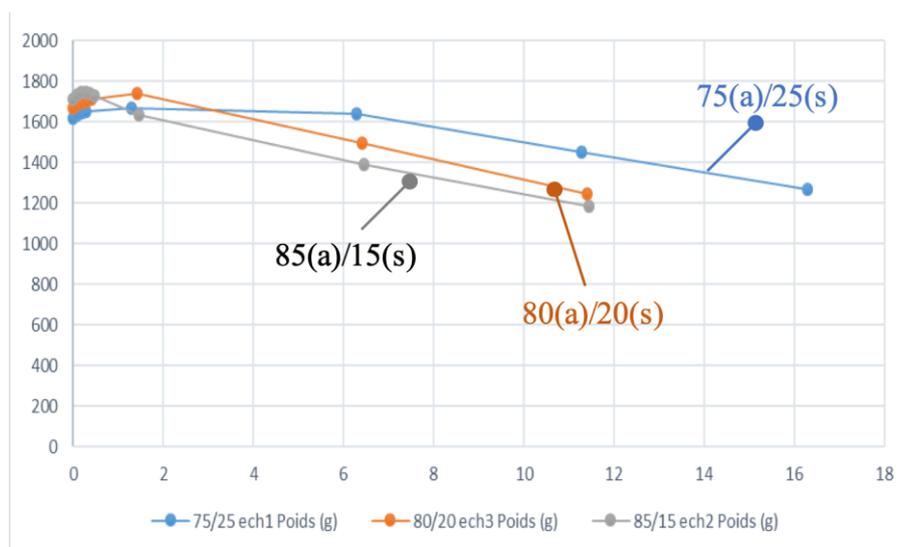


Fig. 3 : Variation du poids de l'échantillon en fonction du temps pour les pourcentages argile / sciures suivants : 75a/25s (a) ; 80a/20s (b) ; 85a/15s (c)

La figure 3 présente la perte de masse présentée par les trois types de dosage en fonction du temps pour un séchage naturel. On observe que la composition 75(a)/25(s) trahit une perte d'humidité moins rapide due sans doute au faible pourcentage de sciure de bois disponible dans la gâchée. Ces résultats préliminaires pourront être une source précieuse pour l'analyse des résultats de compression en cours de finalisation.

Conclusion et perspectives

Les premiers échantillons indispensables pour les essais mécaniques ont été confectionnés et séchés de façon naturelle et artificielle. Les essais de compression sont en cours finalisation afin de sélectionner les pourcentages des différentes essences utilisés qui conviennent à l'environnement gabonais moyennant une résistance mécanique acceptable.

Références

Meukam, P. (2004). Valorisation des briques de terre stabilisées en vue de l'isolation thermique de bâtiments. Thèse de doctorat spécialité : énergétique-génie civil. Université de Cergy-Pontoise en cotutelle avec l'université de Yaoundé I.

Ministère des eaux et forêts : Loi n°016 du 31 décembre 2001 portant Code Forestier en République Gabonaise, 40 p.

D05: Résistance en traction et en cisaillement des joints de colle des bois massif reconstitué en feuillus tropicaux

Ndong Bidzo Cédric Horphé¹, Moutou Pitti Ronstand^{2,3}, Ikogou Samuel⁴, Kaiser Beat⁵

¹Ecole Nationale des Eaux et Forêts (ENEF), Libreville, Gabon

²Université Clermont Auvergne, Polytech, Clermont-Ferrand, France

³CENAREST, IRT, Libreville, Gabon

⁴Ecole Polytechnique de Masuku (EPM), Franceville, Gabon

⁵Ecowood SA, Z.I des Acaé, Libreville

ndonghorphe@gmail.com

Mots clefs : Bois tropicaux, Bois Massif Reconstitué (BMR), Phénol Résorcinol Formaldéhyde (PRF), Traction, Cisaillement, Joints de colle.

Contexte et Objectif

La résistance et l'intégrité des joints de colle dans tout matériau composite collé tel que le Bois Lamellé Collé (BLC) ou de Bois Massif Reconstitué (BMR), constitue une exigence préalable à la mise en structure de ces éléments (Aicher et al.2018)

C'est dans ce sens que les résistances en traction et en cisaillement des joints de colles entre essences différentes ont été évaluées, les éprouvettes sont issus de poutres BMR d'origine tropicale précédemment testées en flexion trois points (Ndong C.H. et al, 2019). L'adhésif utilisé est de type Phénol Résorcinol Formaldéhyde (PRF) associé à un durcisseur HRP-155, le processus de collage est celui de l'entreprise Ecowood SA spécialisée dans la réalisation de des structures en BLC et BMR tropicaux. L'objectif est de déterminer la résistance à la rupture des joints de colle en traction (σ_n^0) et en cisaillement par traction (σ_s^0).

Matériel et Méthode

Ressources ligneuses

Deux essences de densité élevée (Padouk et Niové) combinées séparément avec une essence moins dense (Ozigo) ont été raisonnablement sélectionnées. Les paramètres physico-mécaniques ont été déterminés préalablement, à savoir la densité le Module de Rupture (MoR) et le Module d'Elasticité (MoE).

Le tableau 1 présente les valeurs moyennes des caractéristiques fournies par la bibliographie (CIRAD 2011)*, (Manfoumbi 2012)**, (PROTA 2008)*** et celles retrouvées expérimentalement (en gras)

Tab 2 Caractéristiques des essences choisies

Essences	Nom botanique	Densité	MoR (Mpa)	MoE (Mpa)
Ozigo (Oz)	Dacroydes buettneri	0,59 ± 0,06	74 ± 7,5	11746 ± 860
		0,59 ± 0,03*	91 ± 11* 69 ± 9**	13820 ± 2273* 10700 ± 1550**
Niové (Ni)	Staudtia kamerunensis	0,8 ± 0,01	133,5 ± 7,6	18856 ± 708
		0,88 ± 0,06*	151 ± 23*	18 510 ± 3100*
Padouk (Pdk)	Pterocarpus soyauxii	0,66 ± 0,01	136,7 ± 12,6	15614 ± 1658
		0,79 ± 0,09* 0,67 à 0,9***	116 ± 24* 101 à 218***	15870 ± 1885*

Méthodes

Seuls les joints de colle entre l'Ozigo-Niové et l'Ozigo-Padouk notés respectivement Oz-Ni et Oz-Pdk, ont été testés.

Pour évaluer la résistance des joints de colle, deux essais ont été effectués, notamment l'essai de traction pure et de cisaillement par traction. Les éprouvettes de l'essai de traction pure ont été dimensionnées selon la norme NF EN 302-3 (Afnor 2013) et ceux de l'essai de cisaillement selon la norme EN 302-1 (Afnor 2004).

Les figure 1 et 2 montrent respectivement la schématisation des éprouvettes et le dispositif expérimental pour la réalisation de l'essai de traction pure et de l'essai de cisaillement.

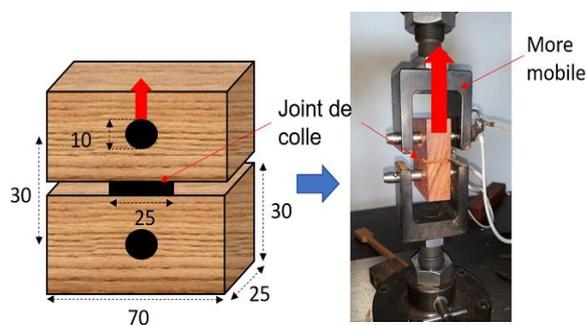


Fig. 15 : Eprouvette et dispositif de l'essai de traction pure

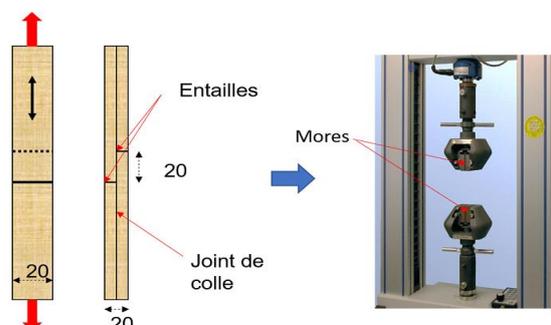


Fig. 2 : Eprouvette et dispositif de l'essai de cisaillement

Ces dispositifs nous ont permis de récupérer l'évolution des déplacements en fonction du chargement sur les joints de colle (Fig. 3) et ensuite de calculer la résistance à la rupture en traction (σ_n^0) et en cisaillement (σ_s^0).

Résultats et discussion

La figure 3 montre que les ruptures des éprouvettes Ni-Oz (Fig 3a) se font majoritairement au niveau du bois massif (rupture cohésive) tandis que celles de Pdk-Oz (Fig 3b) se font dans le

joint de colle (rupture adhésive). On remarque également une raideur élevée sur les éprouvettes de Ni-Oz par rapport à celles de Pdk-Oz (Fig 2).

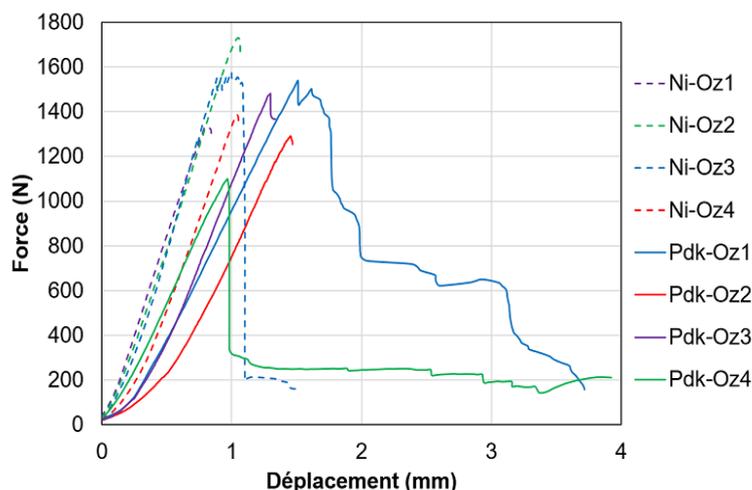


Fig. 16 : Courbe Force déplacement essai de traction

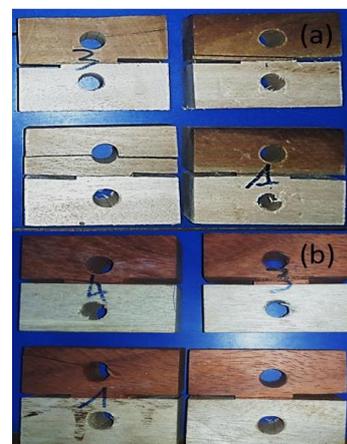


Fig. 17 : Mode de rupture des joints, (a) Ni-Oz, (b) Pdk-Oz

Le tableau 2 donne les valeurs moyennes de la contrainte de rupture en traction, ces valeurs montrent que la résistance des joints de colle Ni-Oz (2,4 MPa) et Pdk-Oz (2 MPa) n'ont pas de différences significatives.

Tab.2 : Valeurs moyennes de la contrainte en traction

Echantillons	Nombre d'éprouvettes	Humidité		σ_n^0 (MPa)
Ni-Oz	4	13-12,25	Moyenne	2,4
			Ecart-type	0,3
Pdk-Oz	4	12,5-14,6	Moyenne	2
			Ecart-type	0,3

Conclusion et perspective

Cette étude avait pour but, d'évaluer la résistance à la rupture de joint de colle entre deux essences n'ayant pas de caractéristiques similaires (densité, genre botanique, résistance mécanique, ...), il ressort que la résistance des deux combinaisons de joints de colle testés dans cette étude, respectent les exigences de la norme EN 302-1 dans la perspective d'un usage structural.

Présentement, les essais de cisaillement par traction se font afin de déterminer la résistance (σ_s^0) à la rupture des joints de colle Ni-Oz et de Pdk-Oz. Des essais complémentaires de fissuration en mode 1 se feront également sur les joints de colle, notamment sur des éprouvettes Double Cantilever Beam (DCB) afin déterminer la ténacité des joints, mais aussi le taux de restitution d'énergie lors de la propagation de la fissure dans le joint de colle.

Remerciements

Les auteurs remercient l'entreprise Ecowood SA pour la fourniture du bois et l'adhésif pour la conception des éprouvettes, le projet PEPS CNRS ingénieries vertes « RUMO » et la Région Auvergne Rhône Alpes et le groupe ASE Holding pour le soutien apporté à la participation à ce congrès.

Références

Afnor, 2004, Norme *NF EN 302-1 : Adhésifs pour structures portantes en bois, méthode d'essai, partie 1 : détermination de la résistance du joint au cisaillement en traction longitudinale*, Agence Française de Normalisation (AFNOR).

Afnor, 2013, Norme *NF EN 302-3 : Adhésif pour structure portante en bois-Méthodes d'essai -Partie 3*, Agence Française de Normalisation (AFNOR).

Aicher S., Ahmed Z., Hirsch M., 2018, Bondline shear strength and wood failure of European and tropical hardwood glulams, *European Journal of Wood and Wood Product*, 76, 1205-1222.

CIRAD, 2011, *Tropix 7, Les principales caractéristiques technologiques de 245 essences forestières tropicales*, Centre de coopération internationale en recherche agronomique pour le développement (CIRAD).

Manfoumbi N., 2012, *Contribution à l'adaptation de l'Eurocode 5 aux essences tropicales dans leur environnement*, Thèse, Université de Limoges.

Ndong C.H. et al, 2019, Mechanical characterization of tropical glued solid timber beams, *The seventh international conference on structural engineering, mechanics and computation*, Cape Town, South Africa, 2019.

PROTA Foundation, 2008, *Plant Resources of Tropical Africa, Lumber 1*, Projet PD 264/04 Rev. 3 (M, I) 2006-2008.

D06 : Comportement viscoélastique et mécanosorptif de l'Okoumé, du Padouk et du Sapin blanc : étude préliminaire

ASSEKO ELLA Martian¹, GOLI Giacomo², GODI Gaël¹, MOUTOU PITTI Rostand^{1,3}, GRIL Joseph¹, PAMBOU NZIENGUI Claude Feldman^{1,4}, FOURNELY Eric¹

¹Université Clermont Auvergne, CNRS, SIGMA Clermont, Institut Pascal, F-63000 Clermont Ferrand, France

²University of Florence, DAGRI-Department of Agriculture, Food, Environment and Forestry, 50145 Firenze, Italia

³CENAREST, IRT, BP 14070, Libreville, Gabon

^{1,4}Ecole polytechnique de Masuku (EPM-USTM)

martian.asseko_ella@etu.uca.fr

Mots clés : viscoélasticité ; mécanosorption ; comportement thermo-hygro-mécanique ; flexion 3 points, Aucoumea klaineana ; Abies alba Mill ; Pterocarpus soyauxii

Contexte et objectifs

L'étude du comportement différé du bois en structure est rendue complexe par l'effet de l'humidité, qui agit à la fois sur les dimensions et la réponse viscoélastique du matériau, ces deux effets étant associés par la mécanosorption. Des essais de fluage de poutres entaillées en dimension d'emploi, chargées en flexion 4 points et placées en extérieur non abrité, ont été réalisés dans le cadre du projet ANR ClimBois et d'une thèse récemment soutenue (Pambou, 2019) sur Douglas et Sapin Blanc, deux essences résineuses abondantes dans les régions du Massif Central et couramment employées en construction. Ils ont mis en évidence certains effets typiques des variations climatiques sur le fluage : périodes humides stimulant le fluage, périodes sèches favorisant la propagation des fissures. L'objectif de la thèse en cours est d'obtenir des données équivalentes pour trois espèces tropicales gabonaises également importantes pour la filière bois locale (Okoumé, Padouk et Iroko). L'acquisition de poutres de grandes dimensions étant difficile de par le coût du transport, une adaptation de l'essai à des poutrelles de dimension réduite est prévue (Fig. 1), en incluant dans l'étude les deux essences résineuses précédemment étudiées à titre de comparaison (Asseko, 2019) et en optant cette fois-ci pour un environnement extérieur abrité.

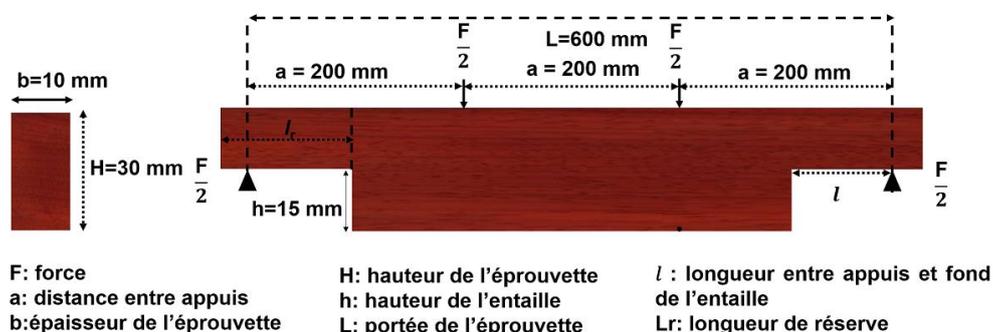


Fig. 1 : Configuration des éprouvettes entaillées pour les essais de fluage en extérieur abrité

La présente étude, mise en place à l'Université de Florence en Italie, viendra en complément de ces essais. Les essais de fluage en flexion seront réalisés en ambiance cette fois-ci contrôlée, dans le but de vérifier les hypothèses formulées suite aux essais sur poutres en dimension d'emploi. Afin de découpler plus facilement la contribution du comportement du matériau sous

variation climatique et celle de la rupture des poutres, l'étude sera menée en deux étapes : la première sur des éprouvettes non entaillées afin d'obtenir la contribution du comportement viscoélastique et mécanosorptif du matériau ; la seconde sur les mêmes éprouvettes mais entaillées. Les niveaux de charge seront choisis suffisamment faibles pour pas induire d'endommagement dans les éprouvettes initiales non entaillées et suffisamment élevés pour induire la rupture différée des éprouvettes affaiblies par les entailles. Le travail présenté ici correspond à la première étape, en cours de réalisation.

Matériel et méthodes

Afin de réduire le volume à conditionner tout en focalisant l'étude sur le découplage entre comportement différé et rupture, des dimensions plus réduites et un chargement en flexion trois points ont été adoptés. Les éprouvettes testées ont pour dimension (L=160mm, T=12mm, R=6mm, Fig. 2) et sont chargées à 10 % de leur charge à la rupture estimée au moyen d'essais jusqu'à rupture sur éprouvettes appariées (Fig. 3).

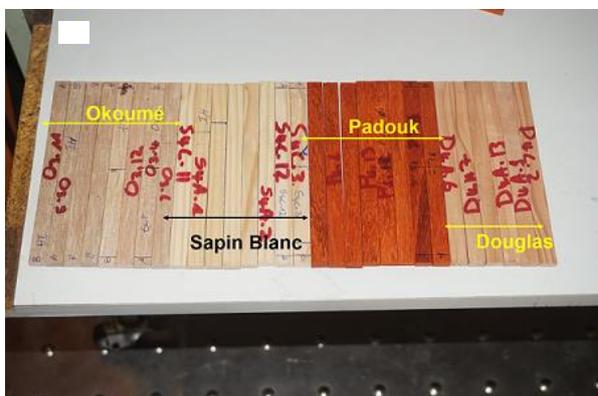


Fig. 2 : Epreuves non entaillées pour les essais de fluage en ambiance contrôlée

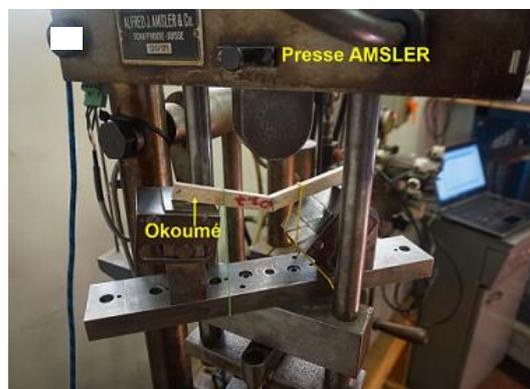


Fig. 3 : Essais de rupture sur éprouvettes appariées

Le dispositif consiste en deux mini bancs de flexion 3 points (entraxe 150mm), disposés à l'intérieur d'une boîte réglée en hygrométrie au moyen de solutions salines. Chaque banc est doté de trois transducteurs, linéaires LVDT, dont l'un au centre (T2 ou T5) et deux (T1, T3 ou T4, T6) au droit des rouleaux inférieurs afin de mesurer le retrait-gonflement du bois dans le sens de la hauteur des éprouvettes tout en fournissant une référence pour la flèche centrale (Fig. 4).

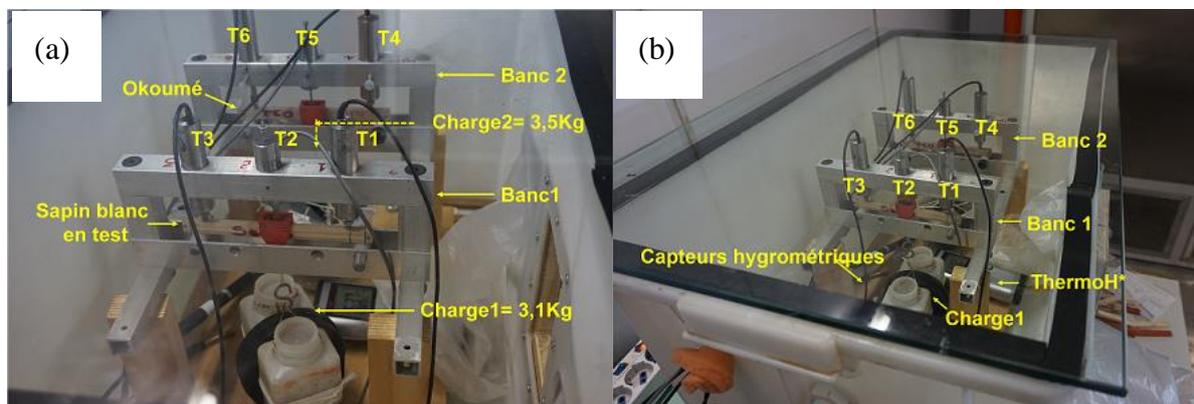


Fig. 4: Banc de fluage : (a) mise en charge de deux éprouvettes, Sapin et Okoumé ; (b) boîte de conditionnement

Chaque série d'essais dure 14 jours et se déroule selon le planning décrit dans la Fig. 5. Tous les essais sont réalisés à 20°C, température de la pièce où est placée la boîte, et préalablement les éprouvettes ont été conditionnées pendant deux semaines à 65%HR et 20°C.

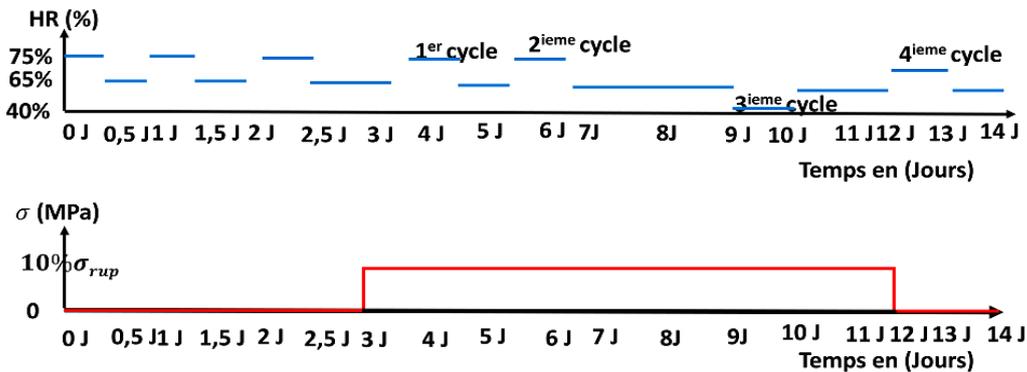


Fig. 5 : Planning de chargement hygro-mécanique

Premiers résultats et discussion

Effet du retrait gonflement sur les déformations au centre des baguettes

Les premiers résultats mettent en évidence les effets du retrait gonflement sur la direction transversale des éprouvettes de Sapin Blanc et d'Okoumé sous contrainte nulle. Ainsi la Fig.6 présente respectivement le comportement de ces deux essences sous variation hydrique et chargement mécanique nul en fonction du temps. On observe d'une manière générale que les variations de HR ont une influence sur les variations dimensionnelles des éprouvettes testées.

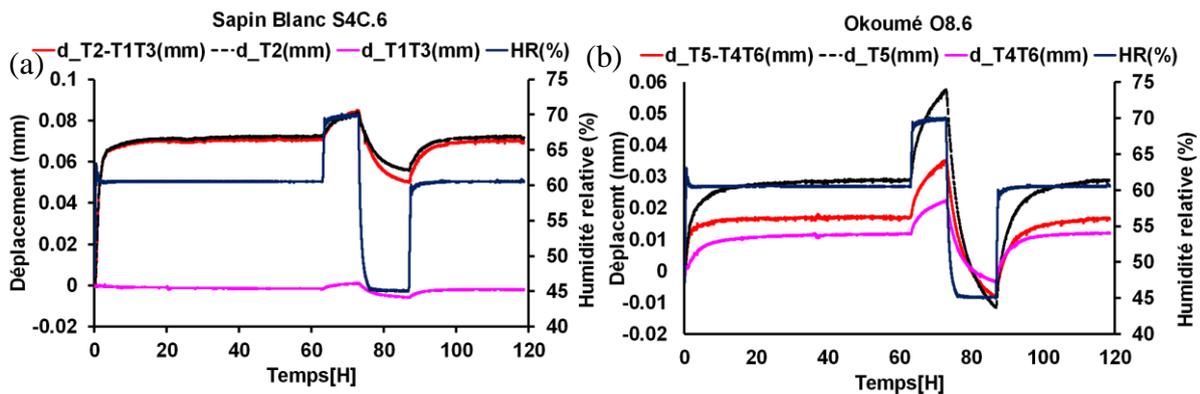


Fig. 6 : effet des variations de HR sur les baguettes (a) ; de Sapin Blanc (b) ; d'Okoumé

Premiers essais viscoélastiques de l'Okoumé et du Sapin Blanc réalisés

La Fig.7 montre les premiers résultats du comportement viscoélastique des bois obtenus après le chargement des éprouvettes (un essai durera 14 jours). Les variations de HR observées entre au début s'expliquent par la mise en place du chargement (ouverture du couvercle). Après le chargement des éprouvettes on peut observer une flèche dû au comportement élastique (f_{inst}) du matériau sur les deux éprouvettes, puis un début de fluage marqué par une évolution de la flèche dans le temps dû au comportement visqueux (f_{vis}) du bois.

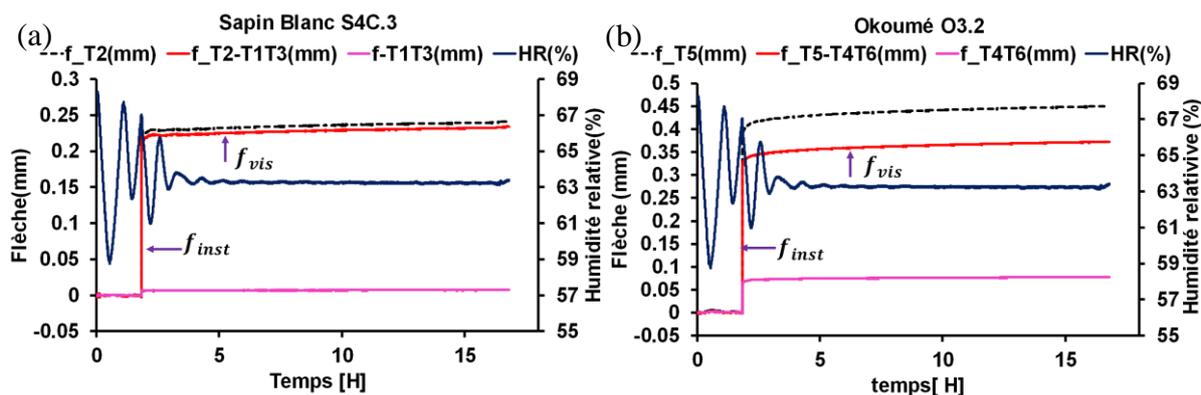


Fig. 7 : mise en évidence du comportement viscoélastique des baguettes (a) : Sapin Blanc
(b) : Okoumé

Remerciements

Les auteurs remercient par cette occasion le collège des Ecoles Doctorales-DRV-Université Clermont Auvergne et le CNRS pour le soutien financier apporté pour la mobilité à Florence en Italie.

Références

- Asseko Ella. M, Godi. G, Moutou Pitti. R, Gril. J, Fournely. E, Phelippe. L, Pambou Nziengui. C.F. (2019) Fluage et fissuration de poutrelles entaillées de bois tropicaux et européens en extérieur abrité : mise au point d'une méthode d'essai, AUGC, Juin, 2019, Nice, France, 4 p.
- Pambou Nziengui. C. F. (2019) Fissuration du bois en climat variable sous charges de longues durées : application aux essences et européens et gabonaises en extérieur abrité, Thèse de doctorat. Université de Clermont Auvergne, France, 172 p.

D07 : Comportement mécanique d'éléments de structures en bois de sapin pectiné en vue d'applications constructives

BONTEMPS Arthur¹, MOUTOU PITTI Rostand^{1,2}, FOURNELY Eric¹, GRIL Joseph^{1,3}

¹ Université Clermont Auvergne, CNRS, SIGMA Clermont, Institut Pascal, F-63000 Clermont Ferrand, France

² CENAREST, IRT, BP 14070, Libreville, Gabon

³ Université Clermont Auvergne, INRA, PIAF, F-63000 Clermont–Ferrand, France
arthur.bontemps51@gmail.com, rostand.moutou_pitti@uca.fr, joseph.gril@uca.fr

Mots clefs : Sapin pectiné ; bâtiments agricoles ; charpentes traditionnelles ; bois vert, thermo-hydro-mécanique.

Contexte

L'exploitation rationnelle du bois local représente un vivier potentiel d'emplois et une valeur ajoutée indéniable pour les petites et moyennes entreprises de la région AuRA. Le sapin pectiné en constitue un élément emblématique tant par son importance comme ressource que par les difficultés très spécifiques que pose sa transformation : forêt privée difficilement mobilisable ; grande proportion d'arbres de gros diamètres incompatibles avec les techniques modernes d'exploitation forestières et de sciage ; présence de poches d'eau dans le duramen, ralentissant le séchage. Essence majoritaire des massifs montagneux, il y est mieux adapté que d'autres résineux même si sa sensibilité à la sécheresse constitue un risque pour l'avenir.

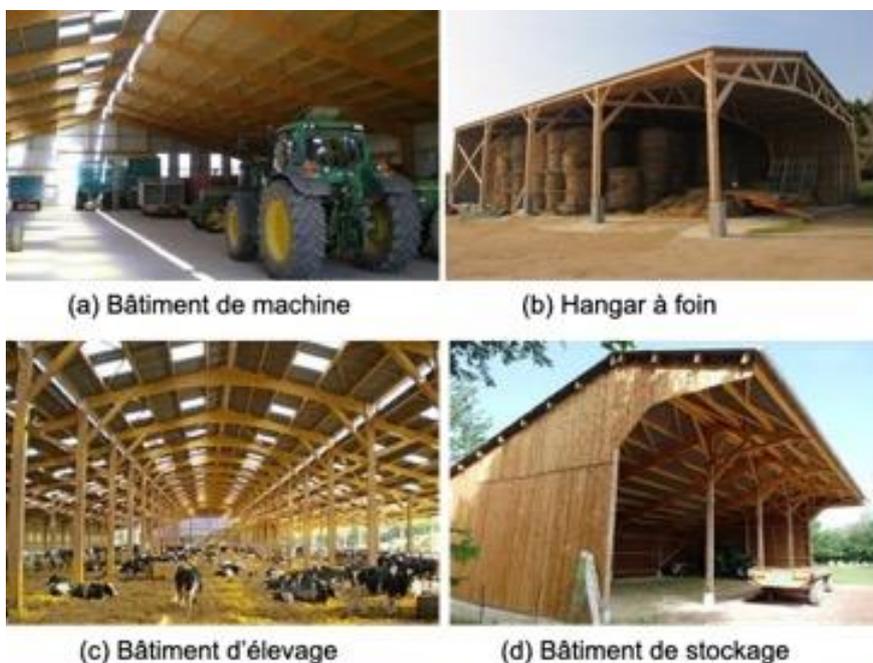


Fig. 1 : Exemples de bâtiments agricoles

L'éco-conception de bâtiments agricoles pourrait constituer le point focal d'une étude consacrée à ces questions. Au regard de son abondance régionale, la promotion de cette essence est envisageable pour de tels usages (Fig. 1). La demande est réelle, les agriculteurs ayant fréquemment besoin d'ériger, à moindre frais et sans délai, des structures semi-pérennes tels que hangar (Fig. 1b), ou habitat pour animaux (Fig. 1c) à partir d'une ressource de proximité

dont ils sont souvent eux-mêmes les propriétaires. De telles structures, généralement bien ventilées, échappent au cadre strict de la réglementation pour l'habitat humain, et l'usage de bois vert ou imparfaitement n'est donc pas problématique. L'économie réalisée par la rapidité du chantier et l'absence de séchage préalable des pièces compenserait largement le surdimensionnement nécessaire à la prise en compte de l'effet à long terme des sollicitations mécaniques. On retrouve là précisément les conditions de mise en œuvre de l'habitat d'autrefois, tant par la nature locale des matériaux utilisés que par le mode constructif avec aération conséquente, de sorte que l'appel à certaines techniques de charpente traditionnelle y est pertinent.

Objectifs scientifiques et sociétaux

L'objectif scientifique de la thèse (démarrée en novembre 2019) consiste à évaluer l'impact d'une mise en œuvre de bois vert ou plus ou moins séché, sur le comportement à long terme d'éléments structuraux (poutre et assemblage) représentatifs de charpentes traditionnelles réalisées à partir de sapin de gros ou très gros diamètre. Le travail combinera approche expérimentale et modélisation numérique avec prise en compte des couplages hygro-thermo-mécaniques et processus de fissuration. En concertation avec les acteurs locaux de la filière forêt-bois, il s'appuiera sur une enquête de terrain visant à observer et analyser les performances et désordres sur des charpentes existantes, interroger les charpentiers sur leur pratique et savoir-faire, et considérer les options s'offrant aux agriculteurs pour la construction de bâtiments semi-pérennes. La participation à un projet d'éco-conception avec des partenaires locaux pourra être envisagée.

Approche envisagée et résultats attendus

L'étude bibliographique portera sur le sapin pectiné, intégrant des éléments de littérature 'grise', et sur la modélisation du comportement hygro-thermo-mécanique du bois. Il faudra se rapprocher des professionnels et de l'interprofession Fibois AuRA (et d'autres comme Fibois 42), afin de s'informer sur les difficultés liées à l'exploitation et la transformation de la ressource, et mettre en place les contacts en vue d'une enquête auprès du secteur de la charpente traditionnelle.

Des essais mécaniques seront ensuite mis en place sur la base des visites de structures existantes et de l'enquête auprès des charpentiers, en tirant parti des outils développés dans le cadre du projet ANR ClimBois ou du PEPS RUMO afin d'intégrer les chargements complexes en environnement variable extérieur abrité : essais sur éléments de structures (poutres, assemblages) en milieu semi-abrité ou contrôlé tels que la rupture quasi-statique (Asseko Ella et al. 2019) ou en fluage (Pambou Nziengui et al. 2019) de poutres entaillées chargées en flexion ; caractérisation mécanique susceptibles de fournir des informations sur le comportement du matériau à l'état vert ou en phase de premier séchage, comme la fissuration 3D observée par tomographie et analyse d'image sur bois vert (Mambili et al 2019, Fig 2).

Ces essais à l'échelle d'éléments de structure et mesure de propriétés à l'échelle du matériau seront nécessaires pour nourrir un modèle numérique (Hamdi et al. 2017), dont la mise au point complètera cette étape du travail. On pourra s'inspirer des modèles numériques développés par l'équipe afin d'intégrer les chargements complexes en environnement variable : (i) viscoélasticité en fluage ou en relaxation ; (ii) mécanosorption ; (iii) séchage et rupture.



Fig. 2 : Expérimentations envisagées sur sapin pectiné

Enfin, les résultats obtenus ayant permis de suffisamment valider le modèle numérique, celui-ci sera utilisé pour estimer l'influence de paramètres de dimensionnement et d'état initial du matériau, pour les éléments structurels des charpentes traditionnelles agricoles du type de celles proposées à la Fig. 1. A ce stade, le projet pourra être associé au montage d'un éventuel projet autour de l'éco-conception d'un bâtiment agricole, en collaboration avec les acteurs locaux comme le GIP Massif Central et la Région AuRA dans le cadre des actions Forêts Bois.

Remerciements

Les auteurs remercient la Région Auvergne Rhône Alpes pour le financement de la thèse via le CPER, le projet SCUSI AuRA ainsi que le CNRS pour le soutien apporté via le projet PEPS « RUMO ».

Références

Asseko Ella M., Pambou Nziengui CF., Ikogou S., Fournelly E., Moutou Pitti R., Gril J. (2019) Thermo-hygro-mechanical behaviour of notched beams of European species under creep loadings in outdoor conditions. 7th International Conference on Structural Engineering, Mechanics and Computation (SEMC 2019), Cape Town, South Africa, 2-4 September.

Fibois AURA 2018a. Aides régionales et locales aux collectivités, bailleurs sociaux, associations et entreprises pour construire en bois local. Hôtel de la Région, 27 Septembre, Clermont-Ferrand, France.

Fibois AURA 2018b. Valoriser le bois du massif Central – Enjeux et projets au service des territoire : concrétiser le potentiel économique de la filière bois du Massif central. CPIE Clermont-Dômes, 09 Octobre, Saint-Gènes-Chapanelle, France.

Hamdi S.E., Moutou Pitti R., Dubois F. (2017) Temperature variation effect on crack growth in orthotropic medium: Finite element formulation for the viscoelastic behavior in thermal cracked wood-based materials. *Int J Solids Structures*, vol 115, 1-13.

Mambili Lebongui GJ, Moutou Pitti R., Badel E., Hamdi SE, Gril J., Toussaint E. (2019) Etude comparative des paramètres de fissuration 3D dans le bois vert par microtographie. 24e Congrès Français de Mécanique, Brest, 26-30 août.

Pambou Nziengui C.F., Moutou Pitti R., Gril J. Fournely E., Godi G., Ikogou S. (2019). Notched-beam creep of Douglas fir and white fir in outdoor conditions: Experimental study. *Construction Material and Building*. Vol 196, 659-671, 2019.

D08 : Protections passives au feu des structures métalliques par le bois

NGUYEN Manh Hung¹, SAULNIER Véronique²

¹ OULDBOUKHITINE Salah-Eddine
Email: nguyenmanhhungcdp53@gmail.com

Mots clefs : Bois; structure acier; feu; protections passives

1. Introduction

La structure en acier est utilisée de manière courante dans le bâtiment, le génie civil. L'acier est un matériau avec une bonne résistance mécanique et facile à mettre en œuvre sur de grandes portées pour les ouvrages d'art. Par contre, en cas d'incendie, l'acier, lors de son échauffement perd rapidement ses propriétés de résistance mécanique au-delà d'une température critique de 550°C environ : la contrainte limite de rupture la contrainte limite d'élasticité et le module d'élasticité diminuent très fortement (NF-EN-1995-1-2, 1995).

Le risque d'incendie est toujours présent dans les bâtiments, puisqu'il est composé de matériaux combustibles, de sources d'inflammation et de volumes ouverts qui amènent l'oxygène.

Donc, pour retarder la ruine du bâtiment en cas d'incendie, il faudra mettre en œuvre différentes solutions techniques de protections passives au feu comme : ajouter des isolants, des plaques, des enduits ou des peintures, mais également par des solutions mixtes acier - béton ou bien acier-bois (Meng-Ting Tsai, 2018).

Des travaux de recherche ont été menés afin d'évaluer le comportement thermique et mécanique des structures métalliques ou mixtes et de proposer des solutions alternatives de protection au feu visant à augmenter le temps d'évacuation et protéger ainsi la vie des occupants lors d'un incendie.

Le bois est une des solutions envisagées comme protection thermique des poutres acier. Différents essais ont été menés sur des poutres acier de type IPE partiellement protégées par le bois et totalement enrobés dans le bois. Ces premiers essais ont soulevé diverses questions. L'une des difficultés est la fiabilité de la mesure des températures dans le bois.

2. Matériel et Méthodes

a) Equipements d'essais

Les essais sont réalisés dans un four expérimental fabriqué sur place avec des briques réfractaires au niveau de la cheminée et de la sole (Fig. 1). Les autres parois sont recouvertes d'une épaisse couche isolant présentant une bonne stabilité thermique.

La mesure des températures dans le four est assurée par des pyromètres fabriqués sur place (NF-EN-1363-1, 2013) (Fig. 2). Le four est équipé de 2 brûleurs fioul ayant chacun une puissance de 29kW.

Les échantillons sont des poutres IPE, le bois de protection est du résineux massif et lamellé-collé.

La mesure des températures est faite avec des thermocouples de type K soit gainé (gaine acier réfractaire AISI 310 (1100°C)) soit des câbles d'extension type KX gainés soie de verre.



Fig. 1 : Four d'essai



Fig. 2 : Pyromètre

b) Expérimentation

Pour la mesure de la température de l'acier, les thermocouple Mono brin de 1.29mm sont soudés directement sur l'acier (BARDON.J.P, 1998). Les thermocouples de type K gainés sont disposé dans les parties bois à différentes profondeurs et suivant les différentes directions des fibres du bois (Fig. 6). Les échantillons acier-bois sont placés dans le four et on observe la montée en température de l'acier pendant une heure. Les poutres sont placées au dessus des brûleurs et parallèlement à la flamme. Les poutres partiellement protégées sont exposées sur trois faces (Fig. 4) et les poutres entièrement enrobées par le bois sont exposées sur quatre faces (Fig. 3).



Fig. 3 : Poutre entièrement enrobée (pin)

Fig. 4 : Poutre partiellement protégée (douglas)

3. Résultats

a) Protection de l'acier

Les résultats les plus intéressants ont été obtenus sur l'IPE 140 protégé entièrement par un bastaing en pin exposé au feu sur 4 faces avec la masse volumique 330.01 (kg/m³) et le taux d'humidité 10.2 %.

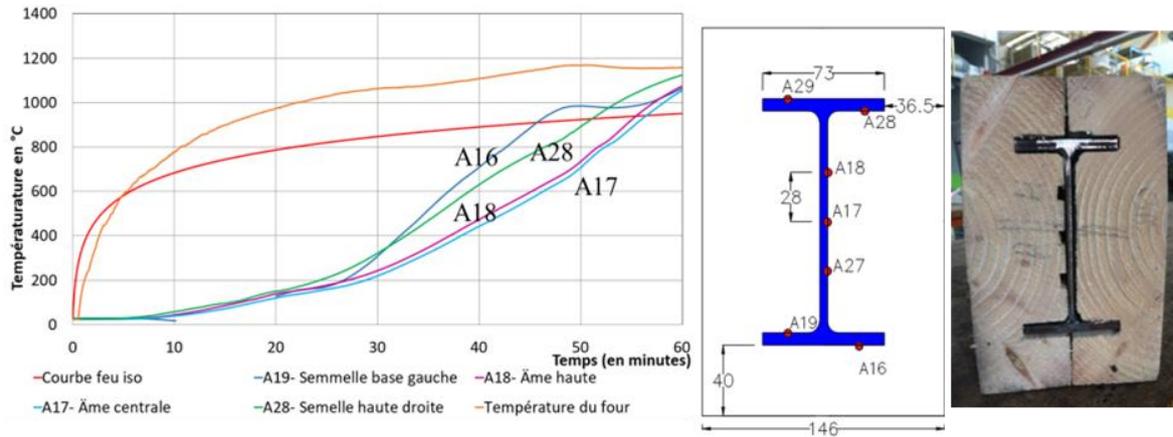


Fig. 5 : Température de l’acier d’une poutre protégée par bois pin

Au niveau de la mesure des températures du profilé en acier, on constate une très nette augmentation des délais d’échauffement. En effet le même profilé dans les conditions de l’essai atteint la température critique pour l’acier de 550°C en 7 minutes. Cette valeur est obtenue grâce l’équation de l’échauffement de l’acier donnée par l’Eurocode 3 (XP-ENV-1993-1-2, 1997).

Pour l’essai, la température critique n’est atteinte qu’au bout de 35 à 40 minutes. Mais les conditions d’exposition de la poutre sont plus sévères que pour un essai fait dans les conditions de feu normalisé.

b) Température dans le bois

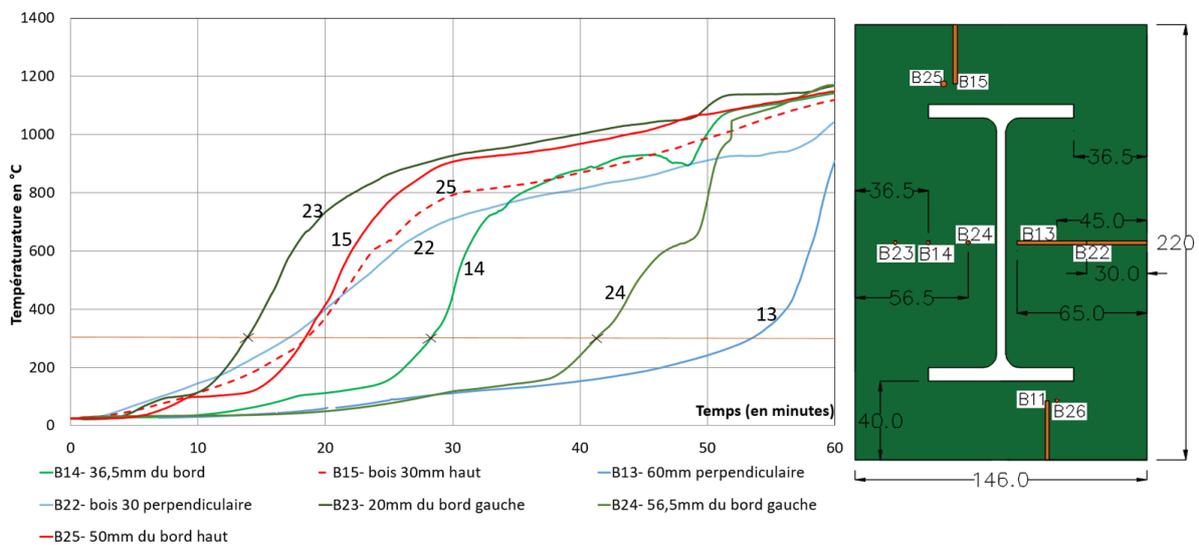


Fig. 6 : Les positions des thermocouples dans le bois

Les mesures de température dans le bois sont faites à une même profondeur avec un thermocouple perpendiculaire B15 à la fibre du bois et parallèlement aux fibres du bois (mesure longitudinale) B25. On constate que les températures sont du même ordre au début, puis les valeurs s’écartent. Les thermocouples placés suivant l’axe radial du bois ont des valeurs supérieures au thermocouple placé suivant l’axe transversal du bastaing.

Les mesures suivant l’axe tangentiel présentent les mêmes valeurs que la mesure sur l’axe transversal de la poutre bois au début de l’essai, puis les mesures s’écartent. Les mesures suivant l’axe transversal ont l’avantage d’être parallèle à l’isotherme.

À partir de températures 300°C, la pyrolyse du bois dégage des gaz inflammables. A cette température, le bois est considéré comme étant carbonisé (ROBINET.T, 2015). Avec les courbes B23, B14 et B24 on peut estimer le gradient de température dans le bois. Ces courbes nous permettent d'estimer le temps de carbonisation du bois qui est de 1.42 mm/min environ. On est très au-dessus des valeurs obtenues avec un feu normalisé (environ 0.55 mm/min) (NF-EN-1995-1-2, 1995).

4. Conclusion et Perspective

Le bois a bien un effet retardateur sur l'échauffement de la poutre en acier. Par contre, il reste une incertitude sur l'évaluation des températures dans le bois. Il est donc nécessaire de refaire des essais pour perfectionner le protocole expérimental. Ces valeurs sont indispensables pour confirmer les modèles de simulations numériques menées en parallèle sur le logiciel ABAQUS (Fig. 7).

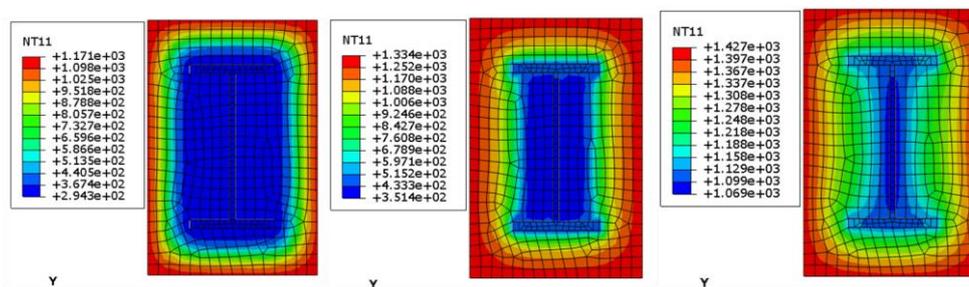


Fig. 7 : Modèle 2D d'une poutre mixte bois acier (température à 15, 30, 60 minutes en K)

Deux questions restent en suspens, le bois apporte-t-il un intérêt du point de vue mécanique à la structure ? La présence d'un matériau combustible, bien qu'isolant, présente-t-il plus d'avantages vis-à-vis de l'incendie, ou est-il la source de chaleur supplémentaire ?

Remerciements

Je tiens à remercier vivement les techniciens de l'IUT d'Allier pour l'aide apporté lors de la mise en œuvre des essais.

Références

- BARDON.J.P. (1998). Température de surface- Mesurer par contact. Techniques de l'ingénieur.
- MASSON.F. (2001). *Comportement de structures soumises à un incendie. Premières réflexions*. INERIS Direction des Risques Accidentels.
- Meng-Ting Tsai, T. D. (2018). Determination of Initial Stiffness of Timber–Steel Composite (TSC) Beams Based on Experiment and simulation Modeling.
- NF-EN-1363-1. (2013). *Essais de résistance au feu - Partie 1 : exigences générales*. AFNOR Normalisation.
- NF-EN-1995-1-2. (1995). Eurocode 5 – Construction en bois –Calcul des structures au feu.
- ROBINET.T, S. (2015). *Résistance au feu des structures bois*. Nancy.
- XP-ENV-1993-1-2. (1997). *Calcul des structures en acier- Partie 1-2 : Règles générales -*. AFNOR .

D09 : Comportement mécanique d'une poutre entaillée en flexion 4 points : comparaison numérique et expérimentale

PHAN Nhat Tung¹, ASSEKO ELLA Martian¹, MOUTOU PITTI Rostand^{1,2}, GRIL Joseph¹,
GODI Gaël¹, FOURNELY Eric¹

¹Université Clermont Auvergne, CNRS, SIGMA Clermont, Institut Pascal, F-63000 Clermont
Ferrand, France

²CENAREST, IRT, BP 14070, Libreville, Gabon

nhat_tung.phan@etu.uca.fr, rostand.moutou_pitti@uca.fr, joseph.gril@uca.fr

Mots clés : Poutre entaillées ; Mécanique de la rupture ; comportement thermo-hydro-mécanique

Contextes et objectif

Les éléments de structure en bois comme les poutres entaillées et les assemblages sont généralement sujet à une fissuration de cinétique complexe due principalement aux modes de sollicitation et au caractère orthotrope du matériau (Phan, 2016 ; Dubois, 1997). Dans le but de percevoir les phases d'amorçage et de propagation de la fissure, de nombreux outils numériques et expérimentaux ont été développés afin de caractériser les champs mécaniques dans de tels milieux (Moutou, 2007). Parmi eux, les méthodes énergétiques sont basées sur la prise en compte d'intégrales invariantes dans l'évolution de l'énergie nécessaire à la création de nouvelles surfaces de fissure. Par contre, quelques outils sont limités mathématiquement à des modes simples de sollicitation (Moraes, 2003).

L'objectif de cette étude est de développer un calcul du taux de restitution d'énergie G puis d'appliquer un critère de propagation de fissure, principalement en mode I. Elle se base sur une approche énergétique en propagation de fissure dans des matériaux caractérisés par un comportement élastique orthotrope. Cette approche est dans un premier temps décrite par une modélisation numérique via le logiciel CAST3M ; en prenant en compte les caractéristiques géométrique et propriétés mécaniques de la poutre entaillée étudiée. Cette approche nous a également permis de simuler le développement stable de la fissure tout au long du processus de propagation. A la fin de l'étude, les résultats numériques ont été comparés aux résultats expérimentaux réalisés avant afin de vérifier la justesse du modèle proposé.

Matériaux et méthodes

Ce travail présente deux approches une approche numérique et expérimentale. L'approche expérimentale qui s'applique sur des éprouvettes entaillées de Padouk nous a permis de valider nos résultats numériques.

- **Approche expérimentale**

Les essais statiques en flexions 4 points ont été effectués avec la presse Zwick/Roell (Fig.1a) jusqu' à la rupture des éprouvettes entaillées de bois de Padouk, d'Okoumé et d'iroko (Fig.1b) de dimensions ($L = 600\text{mm}$; $R = 10\text{mm}$; $T = 30$) et de géométrie proposée par (Fig.1c). Mais pour la validation du modèle numérique seule l'essence de padouk a été considérée. Le but de ces essais était de déterminer les forces critiques minimales (F_{1c}) qui engendrent la première apparition de la fissure et les forces maximales à la rupture (F_{rup}) des éprouvettes issues de l'essence considérée.

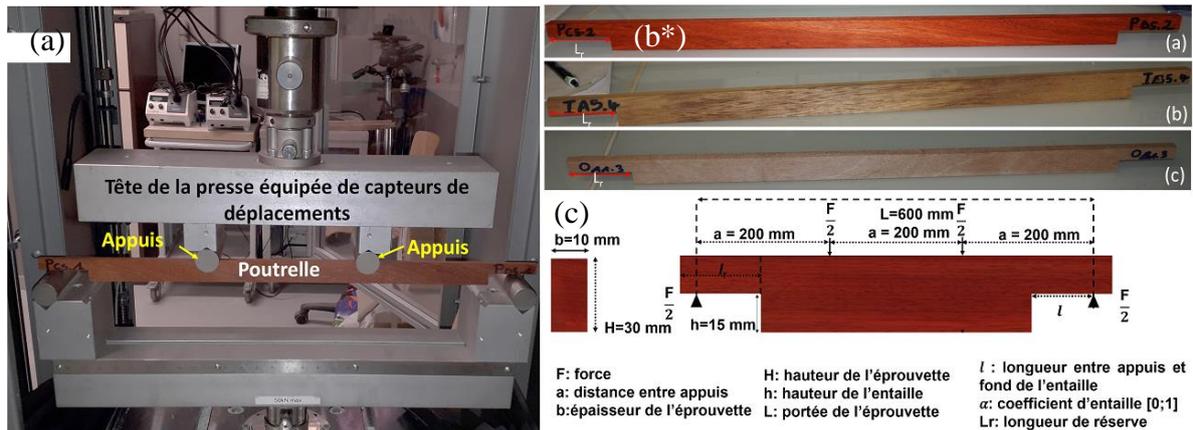


Figure.1 : (a) ; Dispositif expérimental pour essais de rupture (sur la presse Zwick/Roell) (b*) ; Poutrelles entaillées testées a) Padouk ; b) Iroko ; c) Okoumé (c) ; Géométrie des poutrelles entaillées

- **Approche numérique**

Dans cette étude, on considère des déplacements imposés qui engendrent la propagation de fissure. Pour appliquer l'approche énergétique, on crée la modélisation avec un maillage similaire au dispositif expérimental de la Figure 1 (a). Sur ces éléments, on relâche un ou plusieurs nœuds en fond de fissure en considérant obligatoirement une fissure initiale a_0 afin d'évaluer l'énergie élastique produite dans le processus de propagation (Fig.2).

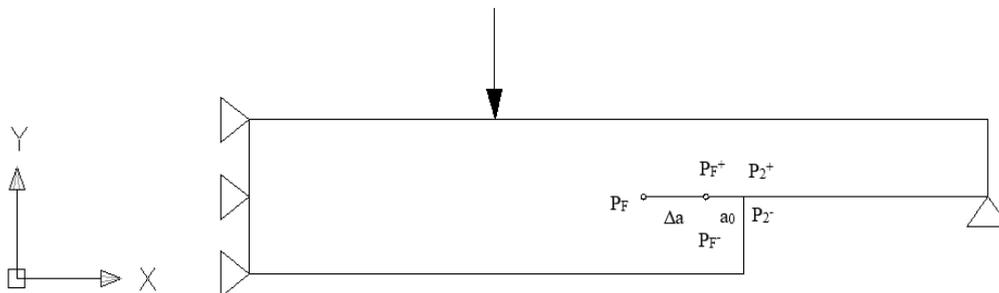


Figure.2: La propagation de la fissure dans le cas d'étude.

En utilisant l'approche énergétique dans le cas d'un matériau quasi-fragile, le critère de rupture décrit par les équations (Eq.1a, 1b) (Phan, 2016), est donné par une courbe-R (Morel, 2007) qui est fonction de la longueur de fissure a , $G_R(a)$. Avec cet objectif, on présente le taux de restitution d'énergie par la courbe-R.

$$G_I(a) = G_{RI} = \begin{cases} \frac{G_{RIC}}{\beta_1} \times \Delta a^{\beta_1} \leftrightarrow si: \Delta a < \Delta a_c & (1a) \\ G_{RIC} \leftrightarrow si: \Delta a > \Delta a_c & (1b) \end{cases}$$

avec Δa_c la longueur de fissure critique à partir de laquelle la fissure se propage avec sa FPZ (Fracture Process Zone) ;

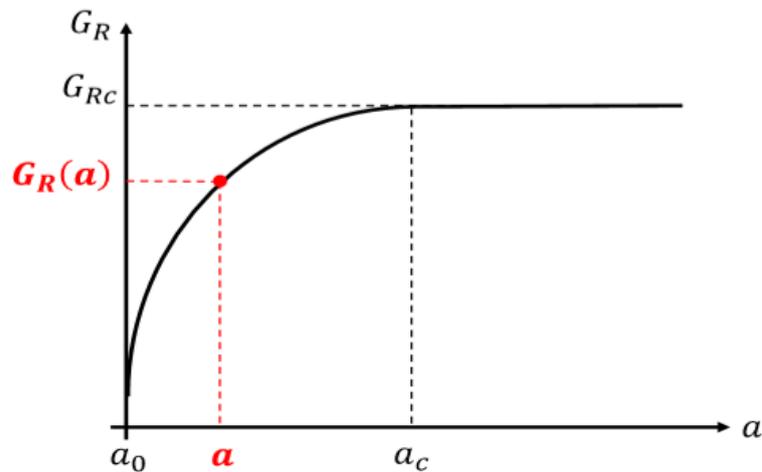


Figure.3: La courbe-R en mode pur (Morel, 2007)

Résultats et discussions

La (Fig.4) présente la courbe force-déplacement issue des essais statiques réalisés sur le padouk. Ces essais nous ont permis d'estimer la force critique F_{1c} (543,72 N) et la force à la rupture F_{rup} (625,79 N) de la poutrelle.

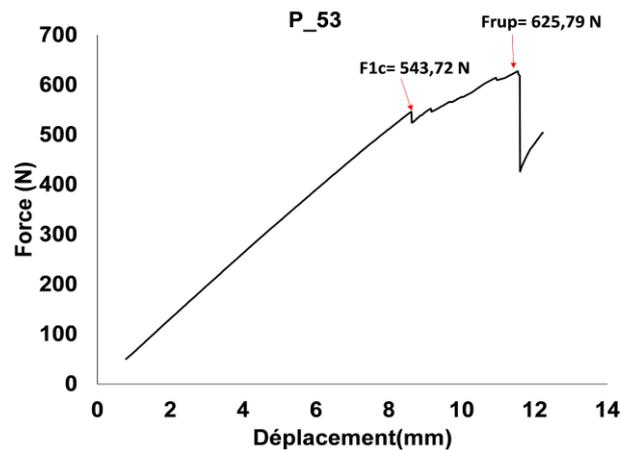


Figure.4: La courbe force – déplacement de l'essence Padouk – P53.

La (Fig.5) présente les résultats obtenus pour cette étude. Dans un premier temps, nous montrons l'évolution du taux de restitution d'énergie (courbe-R) en fonction de la longueur de fissure (a) de notre modèle numérique (Fig.5a). Sur cette figure, on peut observer que Il y a deux zones distinctes, lorsque la valeur de la fissure a atteint a_c , la phase de développement de la zone d'élaboration de fissure transfère à la phase propagation auto-similaire de la fissure principale avec sa zone d'élaboration, autrement dit cette phase respecte la relation $G_R(a > a_c) = G_{RC}$. La (Fig.5b) quant à elle, présente les courbes force-déplacement obtenues par simulation numérique et par l'expérimentation. On constate que les résultats numériques issus des courbes de résistance pour traduire le caractère quasi-fragile du bois sont identiques aux données expérimentales.

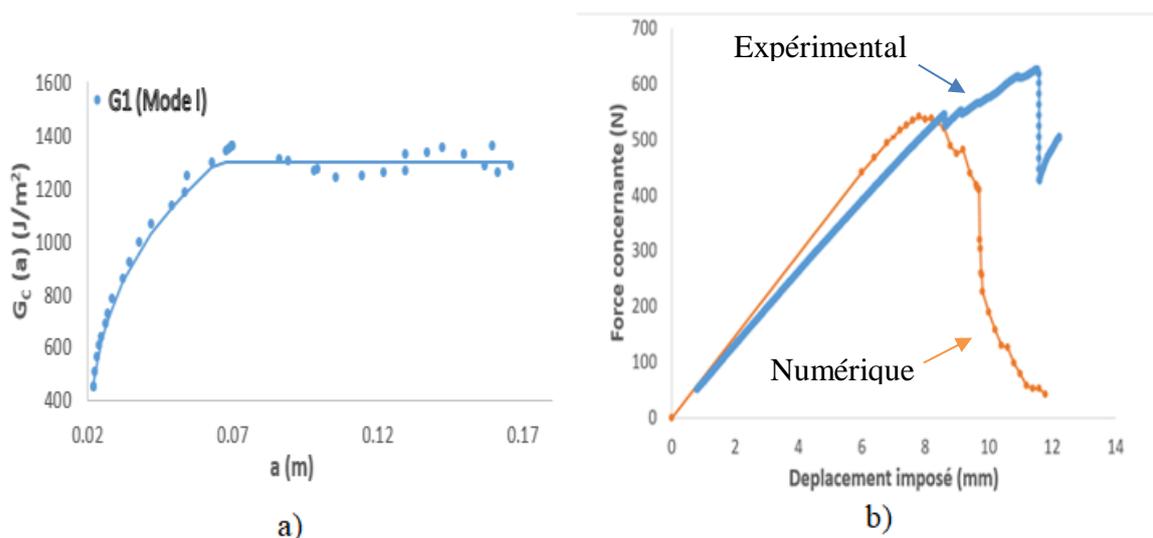


Figure.5: (a) ; Courbe-R en mode I de l'éprouvette P53 (b) ; Courbes Force-Déplacement de l'éprouvette P53

Conclusions et perspectives

La comparaison observée montre que l'utilisation de courbe-R permet de traduire correctement les phénomènes de rupture. Grâce à celle-ci, on peut préciser la propagation de fissure via le taux de restitution d'énergie. En fait, la courbe-R dans notre étude est construite par une approximation du comportement à la rupture du bois. Elle nous permet de faire le calcul de la résistance à la propagation de fissure qui s'effectue à partir du taux de restitution d'énergie estimé pour un incrément de fissure infinitésimal.

Remerciements

Les auteurs remercient la Région AURA via le projet SCUSI AURA, le CNRS via le projet PEPS pour le soutien financier.

Références

- Dubois F. (1997). Modélisation du comportement mécanique des milieux viscoélastiques fissurés : Application au matériau bois », Thèse doctorale de l'Université de Limoges, 1997, 149
- Moutou Pitti R., (2007). Dubois F., Sauvat N., Petit C., « Mixed mode fracture separation in viscoelastic orthotropic media: numerical and analytical approach by the $M\int v$ -integral », International Journal of Fracture, Vol. 125, No 3, 2007, pp. 181-193.
- Phan N. A. (2016), Simulation of time-dependent crack propagation in a quasi-brittle material under relative humidity variations based on cohesive zone approach: application to wood, Thèse de doctorat, Université de Bordeaux.
- Moraes P. (2003), Influence de la température sur les assemblages en bois – Thèse doctorale.
- Morel S. (2007), R-curve and size effect in quasibrittle fractures: Case of notched structures.

D10 : Biomécanique des tiges soumises à des stress mécaniques contrôlés et environnementaux : application à l'hévéa

ENGONGA EDZANG A.C^{1,2,3}, BADEL Eric³, MOUTOU PITTI R.^{1,4}, GRIL Joseph^{1,3},
MOULIA Bruno³

¹Université Clermont Auvergne, CNRS, Institut Pascal, Clermont-Ferrand, France

²Ecole Nationale des Eaux et Forêts (ENEF), Libreville, Gabon

³Université Clermont Auvergne, INRA, PIAF, F-63000 Clermont-Ferrand, France

⁴CENAREST, IRT, Libreville, Gabon

a-clauvy_s.engonga_edzang@etu.uca.fr

Mots clefs : Biomécanique ; Casse au vent ; Hévéa ; Thigmomorphogenèse

Contexte et objectifs

L'Hévéa (*Hevea brasiliensis*) est la principale source de production de latex naturel et répond à la plupart des besoins mondiaux en caoutchouc. Originaire de la forêt amazonienne, il a été exporté dans le but de créer de grandes plantations industrielles répondant à ces besoins. Dans ce contexte, plusieurs plantations ont vu le jour notamment en Asie du sud-est et en Afrique (Côte d'Ivoire, Nigeria...) (Chevalier 1948). Pour récolter le précieux nectar à latex, les exploitants ont recours à la méthode de la 'saignée' consistant à sectionner les cellules laticifères situées en-dessous de l'écorce. Afin de compenser l'effet des saignés successives, les exploitants appliquent de l'éthylène, hormone stimulant une croissance secondaire localisée mais uniquement au niveau de la partie imbibée d'éthylène. On observe alors des profils de tronc assez singuliers chez ces arbres, avec un gonflement à la base pouvant fragiliser la partie supérieure du tronc. Or, les plantations d'Hévéa sont sujets à des risques de dommages causés par le vent. Celui-ci cause de grosses pertes de production (Hofmann 1984). Deux modalités de casse au vent doivent être distinguées: la casse au vent fréquente et la casse liée aux grosses tempêtes. La première entraîne une érosion progressive de la densité de la plantation et la seconde une désorganisation des blocs.

Le vent n'a pas qu'un effet dévastateur sur les arbres. Des travaux récents ont montré que loin de seulement causer des dégâts, le vent participe fortement au renforcement mécanique des végétaux en général et de l'arbre en particulier (De Langre 2008). Ils ont mis en évidence une capacité des arbres à percevoir les stimuli mécaniques dus au vent et y répondre en augmentant leur croissance secondaire (Bonnesoeur et al. 2016, Niez et al. 2018). Il s'agit là d'une modalité de la « Thigmomorphogenèse », la capacité des plantes à adapter leur forme aux actions mécaniques qu'elles subissent. Ces résultats suscitent des interrogations chez l'hévéa, au vu de la fragilité de certains clones lors de tempêtes, notamment sur leur capacité thigmomorphogénétique d'endurcissement au vent. Notre travail consistera à caractériser cette capacité dans le but d'identifier, dans une population de clones, les moins sensibles à la casse au vent.

Matériel et Méthodes

Parmi les différents clones en production comme GT1, PB217, PR107, PB235, RRIV4, PB314, RRIM600 et RRIC110, nous allons en sélectionner deux, l'un réputé résistant au vent et l'autre non résistant.



Fig. 18: Différents profils de tronc observés chez l'Hévéa : (a) tronc droit ; (b) tronc avec renflement causé par l'application d'éthylène ; (c) rangée de troncs demeurant inclinés dans le sens du vent dominant.

Mon travail consistera dans un premier temps à modéliser le comportement mécanique de différents profils de tronc (Fig. 1) sans tenir compte de l'effet du vent. Puis nous effectuerons des essais de traction in-situ à l'aide de la valise TreeQnetic, tout en mesurant les réactions de l'arbre à ces sollicitations forcées (Fig. 2a). Enfin, nous allons monitorer des arbres au vent à l'aide de capteurs de déformation (Fig. 2b).

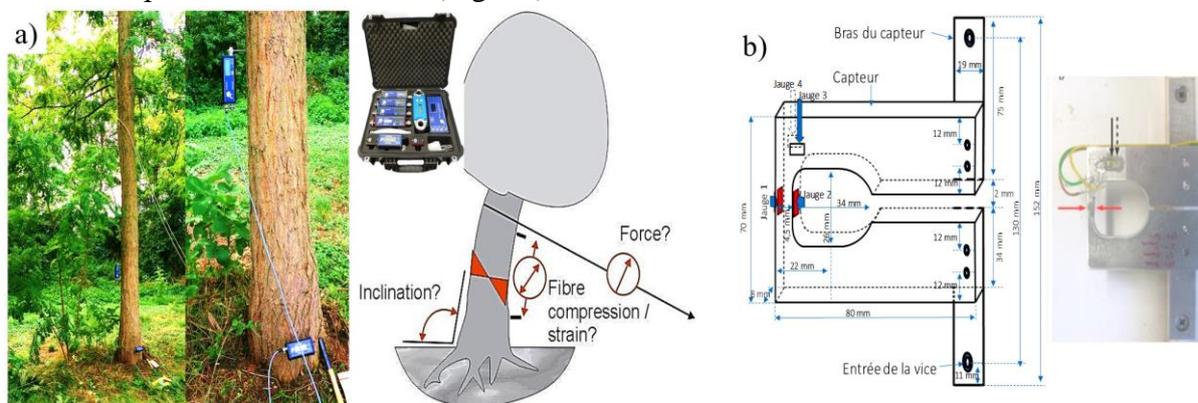


Fig. 19: Méthode expérimentale : (a) Essai de traction sur un arbre ; (b) capteur de déformation.

Résultats attendu

Nous espérons au travers de ces différents essais valider un modèle de flexion des troncs d'Hévéa et mettre au point une procédure pour caractériser la réaction au vent d'un clone d'Hévéa donné. Nous espérons également caractériser le rôle de la Thigmomorphogenèse dans la résistance au vent de l'Hévéa.

Références

- Bonnesoeur, V., Constant, T., Moulia, B. and Fournier, M. (2016) Forest trees filter chronic wind : signals to acclimate to high winds, *New Phytologist*, 210(3), 850-860.
- Chevalier, A. (1948) La situation des plantations d'Hévéa dans le monde de 1939 à 1948, *Journal d'agriculture traditionnelle et de botanique appliquée*, 28(309), 297-316.

De Langre, E. (2008) Effets of wind on plants, *Annu. Rev. Fluid Mech.*, 40, 141-168.

Hofmann, J. (1984) Etude morphogénétique de la couronne de clones d'Hévéa brasiliensis résistant et sensible à la casse au vent, translated by EDP Sciences, 87-102.

Niez, B., Dlouha, J., Moulia, B. and Badel, E. (2018) Water-stressed or not, the mechanical acclimation is a priority requirement for trees, *Trees*, 33(1), 279-291.

D11: Comportement mécanique des branches lors de températures extrêmes (positives ou négatives) et conséquences sur le risque de casse

HEIM Lucie¹, CHARRIER Guillaume¹, GRIL Joseph^{1,2} et BADEL Eric¹

¹ Université Clermont-Auvergne, INRA, PIAF, F-63000 Clermont-Ferrand, France

² Université Clermont-Auvergne, CNRS, Institut Pascal, F-63000 Clermont-Ferrand, France
lucie.heim@hotmail.fr

Mots clefs : branches ; rupture imprévisible ; comportement mécanique ; températures extrême

Contexte et objectifs

L'étude des caractéristiques mécaniques des branches fait aujourd'hui défaut et les ruptures imprévisibles de branches survenant lors de températures extrêmes en absence de dégradation sanitaire, de vent ou de surcharge inquiètent de plus en plus les professionnels des espaces arborés urbains qui sont alors incapables d'assurer la sécurité des espaces arborés urbains.

Le stage de Master II AETPF (Université de Lorraine, AgroParisTech Nancy) que j'ai réalisé au sein de l'UMR PIAF à l'Inra de Clermont-Ferrand s'inscrit dans un nouveau projet qui cherche à comprendre le comportement mécanique des branches en particulier lorsqu'elles sont soumises à des températures extrêmes.

Quelques études ont déjà été réalisées par le passé (Harris, 1987 ; Rushforth, 1989 ; Brochier, 2004 ; Houziaux, 2005) mais ces dernières font pour la plupart de simples observations de casses imprévisibles sans en définir leurs causes. Une enquête réalisée dans la première partie de ce travail auprès des professionnels de l'arbre en ville (experts et gestionnaires) et le suivi médiatique de ces ruptures imprévisibles a permis d'étoffer nos connaissances concernant leurs caractéristiques. Ces branches qui se cassent sont pour la plupart des charpentières. Elles sont plagiotropes, longues, et le plus souvent situées en milieu ou à la base du houppier. Les experts indiquent que fréquemment, les branches concernées semblent en recherche de lumière, c'est pourquoi elles se développent très longues afin de dépasser les branches situées au-dessus. Leur diamètre est généralement important (minimum 10 cm), mais certains experts considèrent que les petites branches sont autant touchées que les grosses et que leur feuillage n'est pas détérioré. Au contraire, les branches cassées possèdent un feuillage très dense.

Ce travail d'enquête a mis en évidence quelques hypothèses concernant les causes éventuelles des ruptures estivales et hivernales. On testera ici deux d'entre elles, l'une pour la casse estivale et l'autre pour la casse hivernale.

Matériel et méthode

Effet d'une sécheresse sur les propriétés mécaniques d'une branche : étude de l'embolisation

L'une des hypothèses relevées dans certaines enquêtes et articles de presse suppose que l'embolisation des branches induite par des fortes chaleurs serait responsable des ruptures estivales. Cette première manipulation cherche ainsi à valider ou invalider cette hypothèse. Pour cela, une série de branches ont été artificiellement embolisées puis soumises à un test de flexion.

Lors de stress hydriques importants (sécheresse extrême), la tension dans les colonnes d'eau du système vasculaire augmente fortement. En cas extrême, cela peut conduire au phénomène de cavitation qui fait rompre la colonne d'eau par l'arrivée d'une bulle d'air dans le canal, qui perd alors sa fonction conductrice. S'il se diffuse dans le système hydraulique, ce passage de bulles

d'air qui vide les canaux de leur eau, impacte fortement le fonctionnement hydraulique et peut entraîner la mort de l'arbre. (Mollier, 2015)

L'hypothèse a été testée sur deux essences, un Angiosperme (érable plane, *Acer platanoides*) et un gymnosperme (cyprés, *Cupressus sempervirens*).

Vingt branches de 26 cm de longueur et de diamètre inférieur à 1 cm ont été échantillonnées par essence. Parmi ces vingt branches, dix d'entre elles ont été artificiellement embolisées, les dix autres n'ont pas subi de traitement et ont donc servi de témoin. L'embolie a été générée artificiellement par centrifugation (Cochard, 2002 ; Cochard et al., 2005) pour créer une tension dans le réseau hydraulique des échantillons.

Deux propriétés mécaniques ont été analysées ici : le module d'élasticité, ou module d'Young, E qui représente la rigidité du matériau, et la résistance à la rupture, MOR. Tous deux ont été déterminés par des essais de flexion 3 points à l'aide d'une machine d'essai universelle (Instron, Model 5565, capteur 5kN, USA) contrôlée par le logiciel Blue Hill.



Fig. 1 : Branche de cyprés avant embolisation par centrifugation



Fig. 2 : Branche d'érable après rupture lors d'un essai de flexion 3 points

Effet du gel sur les propriétés mécaniques des branches

Pour les casses hivernales, nous avons supposé que la saison où se produit le gel impacte le comportement mécanique. En effet, il semblerait que la diminution précoce de température en automne combinée à des chutes de neige, même légères, ait des conséquences plus importantes que lors des chutes de neige, parfois abondantes, en plein hiver. Cela suggère que l'état hydrique des branches, lequel est modulé pendant l'hiver, pourrait jouer un rôle dans le comportement mécanique des branches gelées.

Deux séries de prélèvements ont été réalisées : l'une au début du mois de mars et l'une aux mois d'avril et de mai. Elles représentent respectivement la série nommée « Hiver » et la série nommée « Printemps ». Pour chaque série, plusieurs essences ont été récoltées : trois Gymnospermes (*Picea abies*, *Cupressus sempervirens* et *Cedrus atlas*), et six Angiospermes (*Fraxinus excelsior*, *Juglans regia*, *Fagus sylvatica*, *Corylus avellana*, *Ailanthus altissima*, *Betula pendula*). Les branches ont été gelées selon le mode opératoire suivant : les branches « Hiver » ont été gelées à -20°C (gel sévère) dans une enceinte d'essai climatique (Binder, série MK). Les branches de la série « Printemps » ont été soumises soit à un gel sévère (-20°C) soit à un gel doux (-5°C), semblable à un gel tardif printanier. Les propriétés mécaniques analysées ici, le module d'élasticité et la résistance à la rupture, ont été à nouveau obtenues à l'aide de tests de flexion 3 points jusqu'à la rupture.

Résultats et discussion

Chez le cyprès les branches embolisées ne montrent pas de différence de module d'élasticité par rapport à leurs témoins non embolisés avec des modules respectifs de 3,29 et 2,99 GPa (p-value = 0,3527). Par contre, chez l'érable, notre représentant des Angiospermes, le module d'élasticité semble un peu plus fort (4,46 GPa) pour les branches embolisées comparé aux 4,00 GPa pour les branches témoins (p-value = 0,05243) mais cette différence n'est pas significative. Concernant la résistance à la rupture de ces branches, l'embolie ne semble pas l'impacter ni chez le cyprès (MOR = 26,59 MPa pour les branches embolisées et 27,87 MPa pour les branches témoins, p-value = 0,7005) ni chez l'érable (MOR = 15,72 MPa pour les branches embolisées et 14,66 MPa pour les branches non embolisées, (p-value = 0,6494). Les résultats indiquent donc clairement que l'embolie du système vasculaire n'affecte aucunement les propriétés mécaniques de ces essences.

En ce qui concerne l'effet du gel sur le comportement mécanique des branches, on constate que l'effet saisonnier n'intervient pas sur le module d'élasticité des Angiospermes. C'est la sévérité du gel seule qui modifie ce module de leurs branches. Un gel, quelle que soit sa sévérité, augmente le module d'élasticité des branches des Angiospermes. L'effet saisonnier n'a pas d'impact sur ce module. Chez les Gymnospermes en revanche, ni le gel et ni les saisons n'affectent le module d'élasticité de leurs branches. Le gel semble donc avoir un effet plus important sur les propriétés mécaniques des Angiospermes que sur les Gymnospermes.

Contrairement au module d'élasticité, la résistance à la rupture des branches des Angiospermes et des Gymnospermes semble être modulée par les saisons, leur résistance étant renforcée en hiver. Les branches sont donc plus résistantes lors d'un gel en hiver que lors d'un gel au printemps. Ces résultats suggèrent qu'en cas de sollicitation mécanique (coup de vent), un gel sévère aura un effet beaucoup plus important sur les branches au printemps que sur les branches en hiver.

Le comportement mécanique face au gel est désormais connu à l'échelle globale des Angiospermes et des Gymnospermes. Cependant, si on s'intéresse de plus près au cas par cas interspécifique, on constate que chaque essence réagit de manière différente au gel, que certaines d'entre elles sont plus résistantes que d'autres et que l'impact de la saison n'est pas le même entre les essences. On peut alors supposer que l'état physiologique de la branche, lequel varie d'une essence à l'autre et d'une saison à l'autre, pourrait avoir un rôle majeur dans ces comportements.

Conclusion et perspectives

La casse des branches est un sujet très peu étudié. A ce titre, ce stage revêtait un caractère très exploratoire. Le suivi médiatique de ces ruptures imprévisibles et les enquêtes réalisées auprès des gestionnaires et des experts de l'arbre urbain ont permis d'étoffer nos connaissances concernant leurs caractéristiques : les branches sensibles aux ruptures estivales sont des charpentières plagiotropes de longue portée appartenant à des arbres âgés d'essences assez communes. La rupture survient généralement dans la zone située de 1 à 3 m de l'insertion, le plus souvent en fin de journée. En raison de leur plus faible fréquence, les connaissances sur les ruptures hivernales sont encore très minces. Les expérimentations menées en laboratoire démontrent que l'embolisation d'une branche induite par une sécheresse en période de forte chaleur ne peut pas être à l'origine de sa rupture. De plus, les résultats expérimentaux indiquent que le comportement mécanique général des Gymnospermes face à un gel diffère de celui des Angiospermes, le gel ayant un effet plus important sur la résistance à la rupture et le module d'élasticité des branches de ces derniers.

Remerciements

Références

BROCHIER, V., 2004. Les accidents climatiques et leur dangerosité dans les parcs et jardins à Paris. Etude générale des principaux accidents climatiques rencontrés à Paris. 2004. S.l. : s.n.

COCHARD, H., 2002. A technique for measuring xylem hydraulic conductance under high negative pressures. In : *Plant, Cell & Environment*. 2002. Vol. 25, n° 6, p. 815-819.
DOI 10.1046/j.1365-3040.2002.00863.x.

COCHARD, Hervé, DAMOUR, Gaëlle, BODET, Christian, THARWAT, Ibrahim, POIRIER, Magalie et AMÉGLIO, Thierry, 2005. Evaluation of a new centrifuge technique for rapid generation of xylem vulnerability curves. In : *Physiologia Plantarum* [en ligne]. 1 août 2005. Disponible à l'adresse : <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1111/j.1399-3054.2005.00526.x>.

HARRIS, Richard. W., 1987. Summer Branch Drop. In : *Journal of Arboriculture* [en ligne]. avril 1987. Disponible à l'adresse : <file:///C:/Users/lucie/AppData/Local/Temp/p0111-0113.pdf>.

HOUZIAUX, Gaspard, 2005. Caractérisation du phénomène de rupture estivale de branches d'arbre. In : 2005. p. 58.

MOLLIER, Pascale, 2015. L'embolie des arbres en direct. In : [en ligne]. 22 mai 2015. Disponible à l'adresse : <http://www.inra.fr%2FChercheurs-etudiants%2FMecanismes-du-vivant%2FTous-les-dossiers%2FMicroscopie-jusqu-ou-voit-on%2FL-embolie-des-arbres-en-direct>.

RUSHFORTH, K. D., 1989. Summer Branch Drop. In : *Arboriculture Research Note* (Arboriculture Advisory & Information Service. 1989.

D12: Pourquoi les branches des arbres cassent-elles parfois sans raison apparente ? Le cas des charpentières plagiotropes

VAN ROOIJ Arnoul^{1,2}, BADEL Eric¹ FOURNELY Eric², MOUTOU PITTI Rostand², ALMERAS Tancrède³, CARAGLIO Yves⁴, MOITY MAIZI Pascale⁵, GRIL Joseph^{1,2}

¹ Université Clermont Auvergne, INRA, PIAF, F-63000 Clermont–Ferrand, France

² Univ Clermont Auvergne, CNRS, Sigma Clermont, Institut Pascal, F-63000 Clermont–Fd

³ Univ Montpellier, CNRS, LMGc, F-34000 Montpellier

⁴ Univ-Montpellier, CIRAD, AMAP, F-34000 Montpellier

⁵ GRED, F-34000 Montpellier

vanrooij.arnoul@gmail.com

Mots clefs : arbre ; branche ; biomécanique ; rupture

Contexte

L'étude de la tenue mécanique des arbres se focalise le plus souvent sur celle de leur tronc, autant pour des motifs économiques (utilisation en bois d'œuvre) que fonctionnels. Les branches, vouées à l'élagage naturel ou artificiel, sont peu valorisées et considérées en relation avec les traces que laisse leur insertion dans le tronc (les nœuds d'une planche) plutôt que comme des objets d'intérêt propre. Pourtant, la performance biomécanique représentée par une branche maîtresse se développant horizontalement sur de grandes longueurs aurait de quoi impressionner tout ingénieur concevant des structures ambitieuses. De telles structures végétales défient la gravité, vis-à-vis de laquelle elles sont généralement largement surdimensionnées pour faire face à des stress environnementaux récurrents tels que le vent, la pluie ou le poids de la neige. Il leur arrive pourtant de se rompre, et cela de manière imprévisible, comme c'est le cas de l'inexpliquée casse estivale de grosses branches survenant en période chaude et en l'absence de vent, et dont les conséquences peuvent être dramatiques sur le plan humain et matériel. Si les 'experts de l'arbre' en charge du suivi des arbres de ville ou parcs disposent de tout un arsenal d'outils pour évaluer le risque de chute ou casse d'un tronc, ils demeurent bien démunis face au comportement mécanique des branches.

Si les branches peuvent être qualifiées de poutres du point de vue de la Résistance des Matériaux, elles ne sont pas inertes et leur forme ainsi que leurs propriétés sont en évolution permanente: la croissance en épaisseur des tiges ligneuses s'accompagne d'une mise en précontrainte du bois déposé en périphérie. Ce phénomène, modulé en périphérie par l'épaisseur de bois formé et/ou par l'intensité de la précontrainte, permet à la tige de modifier son orientation ou la maintenir dans une direction inclinée malgré l'effet croissant des masses qu'elle supporte. Si l'on connaît bien le principe général de ce contrôle, pour l'avoir abondamment étudié sur les troncs, très peu d'études renseignent sur la répartition précise des tissus et de leurs propriétés, notamment dans la zone où se produisent habituellement les casses de branche, soit généralement le premier mètre à partir de l'insertion. D'autre part, il semble que le dimensionnement continu des branches soit en adéquation avec leur environnement venteux auquel elles doivent faire face quotidiennement ou lors d'évènement plus rares comme les tempêtes.

A l'heure où les villes - en réponse au réchauffement climatique - replantent massivement des arbres pour la fraîcheur qu'apportent ombrage et évapotranspiration foliaire ; où les compagnies d'assurances redoutent les dommages causés par une chute de branche dans un parking ; où l'agroforesterie se développe en mettant en avant les multiples fonctions des arbres : il n'est

plus vraiment possible de faire l'impasse sur le comportement et la tenue mécanique des branches. Qu'il s'agisse de l'arbre de ville, de parc ou de systèmes agro-forestiers, le développement de branches maîtresses de grandes dimensions et à relativement basse hauteur, devient une situation de plus en plus fréquente et généralement souhaitable ; tout en impliquant donc la contrepartie du danger qu'elles représentent (Fig. 1).

Objectif

L'objectif de ce travail de thèse, démarrée en novembre 2019, est d'explorer le comportement mécanique des branches soumises au vent. Il vise en particulier à étudier leur dimensionnement, résultat des croissances primaire et secondaire, en regard des sollicitations mécaniques qu'elles subissent quotidiennement et à comprendre les phénomènes de ruptures qui semblent intervenir lors d'évènements climatiques particuliers. Si à ce stade du projet, le choix des espèces testées n'a pas été fixé, il serait envisageable de travailler sur des résineux et des feuillus, a minima pour comparer les comportements de ces deux grand types de plans ligneux et leurs contraintes.



Fig. 1 : Rupture « estivale » d'une branche de micoucoulier. Nimes, juin 2018

Méthodes

Cette thématique implique un monitoring in situ du comportement mécanique des branches et donc le développement d'outils spécifiques à cet objet d'étude particulier. Il s'agira entre autres d'évaluer l'applicabilité aux branches de méthodes développées pour d'autres types d'objets - qu'il s'agisse du tronc des arbres au PIAF⁶ ou de structures en bois (ou autre) à l'Institut Pascal, permettant ainsi de lever les premiers verrous méthodologiques nécessaires.

Les connaissances requises pour l'étude mécanique d'une branche à un instant donné, sont les suivantes :

- l'architecture de la branchaison et son historique de construction
- le dimensionnement des branches
- La forme, la répartition interne et l'orientation des tissus constitutifs
- Les propriétés physicomécaniques des tissus : densité, expansion thermique, rigidité 3D instantanée et différée, limites d'élasticité, ténacité, ...

⁶ UMR Physique et Physiologie Intégratives de l'Arbre en environnement Fluctuant (INRA), localisée à Clermont-Ferrand

- Le champ des précontraintes résultant de la croissance
- Le comportement global de la branche, de l'élastique jusqu'à la ruine, sous l'effet d'un moment de flexion ou de torsion.

Ces mesures seront pour la plupart destructives et devront donc être réalisées à l'issue d'une période de monitoring, tout d'abord sur site puis en laboratoire. Un gros travail en amont de développement d'outils pertinents pour le monitoring du comportement mécanique des branches pendant de longues périodes, sera donc nécessaire. On pourra envisager des mesures *in situ* visant à caractériser le comportement mécanique des branches à l'aide de tests de flexion qui seront complétés par des mesures en laboratoire sur machines d'essais.

Parallèlement, quelques professionnels pourront être rencontrés pour recueillir d'éventuels indicateurs ou signes les informant de possibles casses, relevant de leurs savoirs d'expérience.

Résultats attendus

Ces données expérimentales devront permettre de construire et alimenter un modèle de simulation mécanique qui permettra de tester différentes hypothèses pouvant expliquer et prédire la casse des branches dans certaines conditions environnementales. A terme, il pourrait être envisagé de proposer des indicateurs prédictifs utilisables pour dimensionner d'éventuelles tenues de branches sous contrainte. Ces indicateurs pourront être des éléments utilisables pour la gestion de l'arbre par les professionnels.

D13: Evaluation de la qualité de collage des panneaux de contreplaqués collés avec des adhésifs biosourcés.

RHAZI Naima^{1a, 2*}, OUMAM Mina^{1a}, SESBOU Abdessadek³, CHARRIER Bertrand²,
HANNACHE Hassan^{1a,b}, CHARRIER - EL BOUHTOURY Fatima²

^{1a}LIMAT-Equipe Thermo-structuraux des Matériaux et polymères. Faculté des sciences Ben M'sik, Université Hassan II de Casablanca, Boulevard Cdt Driss Harti, BP.7955, Ben M'sik, Casablanca, Maroc; ^b: Centre des matériaux avancés, EMINES, Université Polytechnique Mohammed VI, Lot 660 Hay Moulay Rachid, 43150, Ben Guerir, Maroc.

²CNRS/UPPA PAU & PAYS ADOUR/ E2S UPPA, Institut des Sciences Analytiques et de Physico-chimie pour l'Environnement et les Matériaux (IPREM), IUT des Pays de l'Adour, 371 Rue de Ruisseau, 40004 Mont de Marsan, France.

³ENFI-Ecole nationale des ingénieurs forestiers. BP: 511 Tabriquet, 11015 Salé, Maroc.

***Email:** rhazi_naima@hotmail.fr

Mots clés : *Acacia Mollissima* ; Ecorce, Adhésifs biosourcés ; Lignosulfonates ; Tanins ; panneaux contreplaqués.

Contexte et objectifs

Les adhésifs à base de formaldéhyde tels que les mélanges collants Phénol-Formaldéhyde (PF), sont les plus utilisés dans les industries du contreplaqué (Chupin et al., 2015 ; Moubarik et al., 2010). Ces résines engendrent pendant leur utilisation, un taux important d'émission de formaldéhyde. Face à ces contraintes, il est important de développer des alternatives renouvelables, non toxiques pour les utilisateurs et l'environnement qui puissent satisfaire les nouvelles exigences concernant l'émission des produits volatils. Dans ce contexte, cette étude vise la valorisation des écorces d'*Acacia Mollissima* du Maroc et l'élaboration d'adhésifs biosourcés ayant des propriétés au moins identiques aux mélanges collants synthétiques. Nous avons orienté nos travaux de recherche sur des colles à base de lignine de pin maritime, co-produit de l'industrie papetière et de tanins extraits à partir des écorces d'*Acacia Mollissima*. La première finalité sera de coller des panneaux de contreplaqués. Le tanin et la lignine, composés de structures phénoliques, seront utilisés dans les formulations de colle pour remplacer l'utilisation du phénol.

Matériels et méthodes

Dans cette étude, différentes méthodes d'extraction sont utilisées pour extraire les tanins condensés présents dans l'écorce d'*Acacia Mollissima* (une Macération à température ambiante, une infusion à différentes températures et une extraction assistée par micro-onde). Le protocole d'extraction est présenté dans l'article Rhazi et al., (2015). Les tanins extraits sont caractérisés par plusieurs méthodes : IR, SM, HPLC et ATG. La réactivité des tanins extraits avec le durcisseur a été évaluée par le test de Stiasny number.

L'élaboration des colles biosourcées est décrite dans le protocole de Rhazi et al., (2017). L'évaluation des performances thermiques et thermomécaniques des colles biosourcées est réalisée à l'aide des caractérisations par ATG et TMA.

La préparation des panneaux de contreplaqués a été réalisée conformément aux exigences de la norme britannique NBS 1204 (1993). Dans ce but, cinq panneaux ont été testés et les teneurs en solides des adhésifs ont été déterminées selon la norme EN 827(2006). L'évaluation de la qualité de collage des panneaux de contreplaqués préparés avec des colles à base de tanin et de

lignine est évaluée selon des tests normatifs : test de traction, résistance au cisaillement et évaluation de la rupture cohésive apparente de l'adhésif dans le bois. Les propriétés de collage des colles ont été évaluées conformément aux normes européennes EN 314-1 (2004) et EN 314-2 (1993). Dans le but d'améliorer la qualité de collage des panneaux élaborés, différents facteurs ont été choisis : la proportion tanin-lignine dans les formulations, le temps de pressage, la température du pressage et la force de presse appliquée.

Résultats et discussions

1. Extraction des tanins

Plusieurs facteurs ont été étudiés pour améliorer le rendement des tanins extraits à partir des écorces d'*Acacia Mollissima* du Maroc, comme l'âge des écorces, le temps d'extraction, la température d'extraction, et aussi la nature du solvant d'extraction. Les résultats d'extraction sont présentés dans l'article Rhazi et al., (2015). L'optimisation des conditions d'extraction pour chacune des méthodes d'extraction est réalisée selon la méthodologie des plans d'expérience. Le résultat des dosages colorimétriques de la teneur en tanins condensés extraits écorces d'*Acacia Mollissima* du Maroc selon les conditions du plan d'expérience sont représentés dans la Fig.1. Cette étude a montré que la progression du temps d'extraction n'améliore pas significativement la teneur en tanins condensés extraits. Les meilleurs résultats sont obtenus au bout de 2h d'extraction.

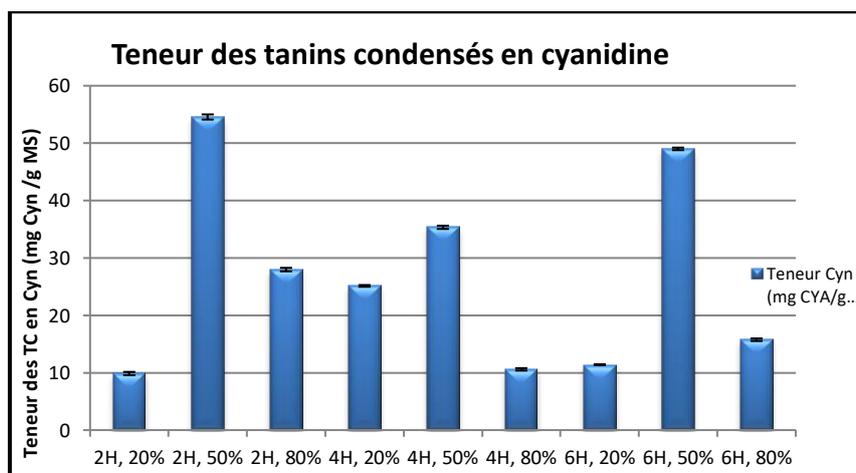


Fig.1 : Teneur en tanins condensés selon les conditions du plan d'expérience.

2. Réactivité des tanins

L'évaluation de la réactivité des tanins avec le durcisseur est généralement réalisée avec le formaldéhyde selon le protocole de Yazaki et Collins (1994). Le nombre de Stiasny est déterminé comme un pourcentage de la masse du précipité par rapport à la masse sèche de l'échantillon de départ. Le résultat du test de « Stiasny number » pour les tanins extraits par différentes méthodes est représenté dans le Tab.1. La réactivité des tanins d'*Acacia Mollissima* du Maroc est également comparée à la réactivité du tanin commercial d'*Acacia*. Cette étude a montré une meilleure réactivité des tanins du Maroc, extraits par des méthodes différentes (% SN > 65%). Ces résultats montrent que les tanins d'*Acacia Mollissima* du Maroc peuvent être utilisés en succès pour faire des formulations de colles.

Tab. 1 : Résultats du test de Stiasny déterminés pour l'optimum des résultats.

Identification des tanins	Stiasny Nnumber (%)
Tanin commercial	96,29 ± 1,32
Tanin mac, 2H, 50%	92,28 ± 1,27
Tanin Inf, 80°C, 30 min, 80%	98,43 ± 0,86
Tanin MO, 3 min, 50%, 150W	90,76 ± 0,34

3. Préparation des panneaux de contreplaqué

Les étapes de préparation des panneaux de contreplaqués sont présentées dans la Fig. 2.

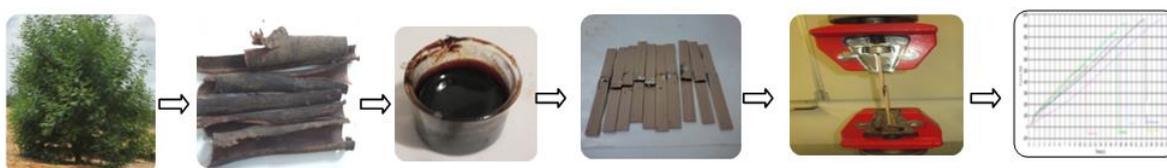


Fig.2 : Protocole de préparation des panneaux de contreplaqués collés avec des colles écologiques de tanin d'*Acacia mollissima*

4. Evaluation de la qualité de collage des panneaux

Dans cette étude l'effet de plusieurs facteurs a été étudié pour améliorer la qualité de collage des panneaux de contreplaqués élaborés avec la colle biosourcée à base de tanin et lignine. Les facteurs étudiés sont : la proportion tanin-lignine, le temps de pressage, la température du pressage et la force de presse appliquée. Les résultats de cette étude sont présentés dans la Fig.3.

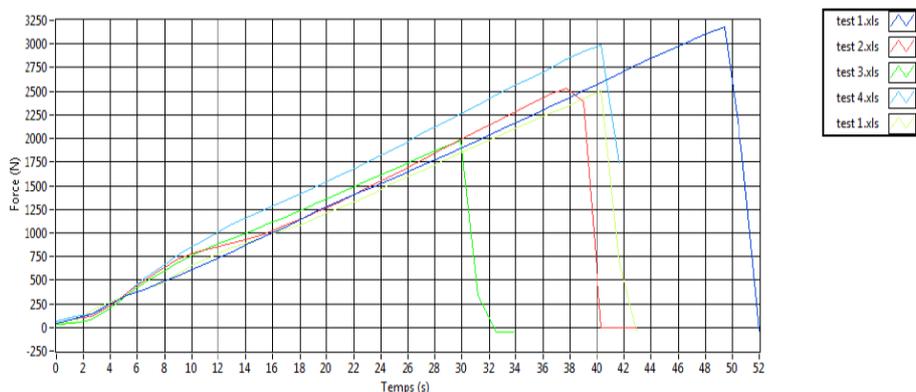


Fig.3 : Evaluation de la qualité de collage des panneaux de contreplaqués collés avec des colles écologiques.

Différentes formulations allant de 0-100% ont été testées. Les différents temps de pressage utilisés sont: 4, 7 et 10 min. Les températures de pressages testées sont : 110, 130, 150 et 170°C. Les différentes pressions testées sont : 6, 8, 10, 12, 16 et 18 bar. Les résultats de cette étude ont montré que les meilleures performances mécaniques sont observées pour les formulations avec 75% de tanin et 25% de lignine, pressées pendant 4 min, à 130 °C et à 12 bar.

Conclusion et perspectives

Cette étude nous a permis d'étudier les différentes performances des panneaux de contreplaqué fabriqués avec des colles biosourcées. Nous avons montré que celles-ci étaient influencées par des conditions physiques telles que la pression, la température de la presse et les conditions chimiques telles que le rapport tanin-lignine. Les formulations d'adhésifs écologiques élaborés à partir des écorces d'*Acacia Mollissima* du Maroc présentent de très bonnes performances mécaniques, comparables aux adhésifs de contreplaqués phénol-formaldéhyde disponibles dans le commerce. Ils n'ont pas d'émission de formaldéhyde. Ces formulations de colles pourraient maintenant être testées à une échelle pilote pour fabriquer des panneaux de contreplaqués utilisables en milieu sec, mais également en milieu extérieur.

Remerciements

Nous tenons à remercier le gouvernement Français et Marocain pour leurs soutiens financiers. Et plus spécialement le campus France pour programme de post doctorale « Boost Ton Doc » qui offre une opportunité aux chercheurs pour mieux avancer leurs travaux. Nous remercions l'entreprise « Tembec-Rayonier Advanced Materials » pour nous avoir fourni la lignine ainsi que Xylomat, la plateforme technologique de l'équipement d'excellence Xyloforest à Mont de Marsan, pour son accueil, son soutien, la sympathie et la disponibilité de son équipe.

Références

- British standard NBS 1204. Specification for MR phenolic and aminoplastic synthetic resin adhesives for wood (1993).
- Chupin, L., Charrier, B., Pizzi, A., Perdomo, A., Charrier-El Bouhtoury, F. (2015). Study of thermal durability properties of tannin–lignosulfonate adhesives. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*. 119,1577–1585.
- EN 314-1. Plywood: Bond quality. Part 1: test methods (2004).
- EN 314-2. Plywood: Bond quality. Part 2: requirements (1993).
- EN 827. Adhesives: Determination of conventional solids and constant mass solids (2006).
- Moubarik, A., Allal, A., Pizzi, A., Charrier, F., Charrier, B. (2010). Characterization of a formaldehyde-free cornstarch-tannin wood adhesive for interior plywood. *European Journal of Wood and Wood Products*. 68,427–433.
- Rhazi, N., Oumam, M., Hannache, H., Sesbou, A., Charrier, B., Pizzi, A., Charrier-El Bouhtoury, F.(2015). Comparison of the impact of different extraction methods on polyphenols yields and tannins extracted from Moroccan *Acacia mollissima* barks. *Ind. Crops Prod* 70, 245–252.
- Rhazi N., Oumam M., Sesbou A., Hannache H., and Charrier-El Bouhtoury F. (2017) Physico-mechanical properties of plywood bonded with ecological adhesives from *Acacia mollissima* tannins and lignosulfonates. *Eur. Phys. J. Appl. Phys.* 78: 34813.DOI:10.1051/epjap/2017170067
- Yazaki, Y., and Collins, P.J., 1994. Wood adhesives based on tannin extracts from barks of some pine and spruce species. *Holz Roh-Werkstoff* 52, 307–310.

D14: Effet des catalyseurs et de la température de durcissement sur les propriétés des mousses phénoliques biosourcées

ISSAOUI Hamed¹, CHARRIER – EL BOUHTOURY Fatima¹

¹CNRS/UPPA PAU & PAYS ADOUR/ E2S UPPA, Institut des Sciences Analytiques et de Physicochimie pour l'Environnement et les Matériaux (IPREM), IUT des Pays de l'Adour, 371 Rue de Ruisseau, 40004 Mont de Marsan, France

hamed.issaoui@univ-pau.fr ; fatima.charrier@univ-pau.fr

Mots clés : mousses phénoliques, tanins, lignine, catalyseurs, température de durcissement

Contexte et objectifs

Les mousses phénoliques sont des matériaux attrayants en raison de leur faible conductivité thermique et de leurs excellentes propriétés ignifuges (faible inflammabilité, faible émission de gaz toxiques). Ces caractéristiques font que les mousses phénoliques sont de plus en plus recherchées et préférées aux autres mousses polymères (mousses de polystyrène expansé et de polyuréthane...) pour certaines applications notamment dans le domaine de l'isolation. Cependant, les mousses phénoliques sont des polymères thermodurcissables obtenus par une réaction de polymérisation de phénol et de formaldéhyde. Ces deux composants sont non seulement d'origine non renouvelable, car dérivés du pétrole mais également classés comme cancérigènes pour l'homme. Par conséquent, de nombreuses études sont menées depuis ces dernières décennies pour remplacer ces produits pétroliers par des sources respectueuses de l'environnement telles que les lignines et/ou les tanins. Ces derniers sont largement disponibles et peuvent être considérés comme des sous-produits des industries du bois et du papier qui méritent d'être valorisés.

La fabrication de mousses phénoliques nécessite la présence d'un catalyseur et peut avoir lieu dans des conditions acides ou alcalines. Ainsi, l'acide p-toluènesulfonique a été largement utilisé dans la préparation des mousses à base de tanin/alcool furfurylique et il a été montré que l'ajout d'acide phosphorique augmentait la résistance au feu des mousses. La soude a été utilisée pour produire, dans un environnement alcalin, des mousses à base de tanins sans utiliser l'alcool furfurylique (Basso et al 2014). La chaleur a également été utilisée en tant que catalyseur lors du processus de moussage lors de l'élaboration d'une mousse biosourcée (Merle et al 2016).

Dans le présent document, nous avons concentré notre attention sur les effets de trois systèmes de catalyse et de la température de durcissement sur les propriétés finales de mousses à base d'un mélange tannin-lignine (80 % en masse sèche).

Matériel et méthode

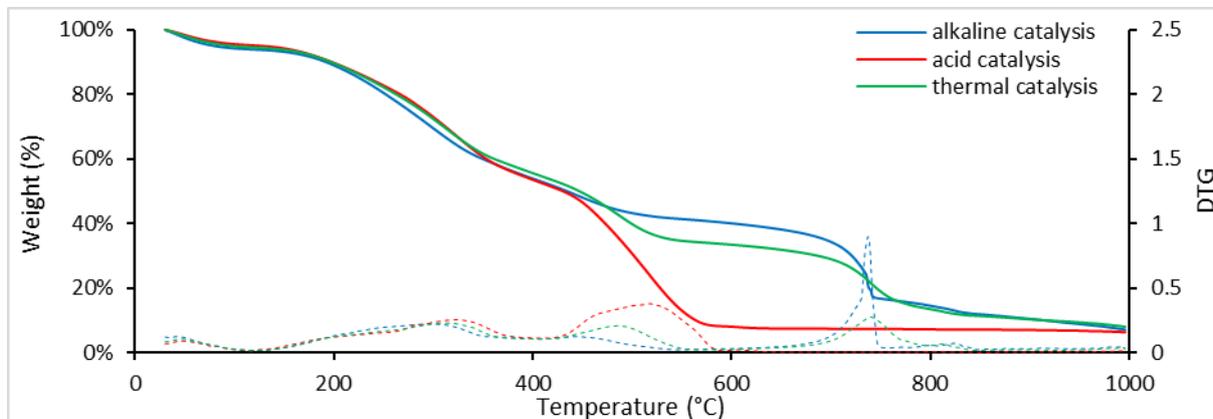
Les mousses phénoliques biosourcées à base de lignine et de tanins ont été préparées selon un procédé d'agitation mécanique en utilisant trois types de catalyse. Après l'étape d'agitation, les mousses liquides obtenues ont été coulées dans des moules en silicone et cuites dans un four.

Résultats et discussion

L'effet de trois types de catalyseurs (acide, basique et thermique) et de trois températures de durcissement sur les propriétés des mousses obtenues a été étudié. L'utilisation d'une

température de durcissement basse peut réduire considérablement la taille des cellules et améliorer l'homogénéité structurelle des mousses phénoliques.

L'analyse thermogravimétrique a suggéré que l'utilisation de la catalyse basique confère la plus grande stabilité thermique des mousses à toutes les températures de durcissement.



Les propriétés mécaniques des mousses synthétisées, évaluées en mesurant leur résistance à la compression, montrent également une forte dépendance à la température de durcissement et au type de catalyseur utilisé. La résistance à la compression des mousses augmente à basse température de durcissement, elle peut atteindre 0,6, 0,92 et 1,65 MPa en catalyse acide, basique et thermique, respectivement.

La conductivité thermique diminue nettement lorsque la température de durcissement augmente, passant de 51 à 47 mW/m.K à basse température à 43 à 41 mW/m.K à haute température de cuisson.

Conclusion et perspectives.

Des mousses phénoliques, à base de tanins et de lignines ont été préparées. Les matériaux fabriqués en catalyse alcaline ont montré le meilleur comportement thermique. Dans la suite de ce travail, nous visons à déterminer les tailles macromoléculaires des différentes mousses par analyse chromatographique et à réaliser des analyses structurales afin d'analyser l'éventuel lien avec le comportement thermique, résistance mécanique et conductivité thermique.

Remerciements

Nous remercions le Conseil Départemental des Landes (CD40) pour son soutien financier, ainsi que les entreprises Tembec-Rayonier Advanced Materials, Tanac inc. et Silvateam qui nous ont fourni les matières premières.

Références

- M. C. Basso, S. Giovando, A. Pizzi, M. C. Lagel, A. Celzard (2014) Alkaline Tannin Rigid Foams, *J. Renew. Mater.*, vol. 2, no. 3, pp. 182–185, Aug. 2014.
- J. Merle, M. Birot, H. Deleuze, C. Mitterer, H. Carré, F. C.-E. Bouhtoury (2016) New biobased foams from wood byproducts, *Mater. Des.*, vol. 91, pp. 186–192, Feb. 2016.

D15: Etude de la qualité de la résine de pin maritime (*Pinus pinaster*) par Spectroscopie Proche InfraRouge et méthodes chimiométriques

RUBINI Morandise¹, FEULLERAT Lisa¹, CABARET Thomas¹, CHARRIER Bertrand¹

¹ CNRS / Université de Pau & des Pays de l'Adour, Institut des Sciences Analytiques et de Physico-Chimie pour l'Environnement et les Matériaux - Xylomat, UMR5254, 40004, Mont de Marsan, France

morandise.rubini@univ-pau.fr

Mots clefs : qualité ; extractibles ; résine de pin maritime ; modèles prédictifs ; NIRs

Contexte et objectifs

Depuis quelques années, la société Holiste (via le programme Biogemme) innove pour relancer une activité disparue en France depuis plus de 30 ans : le gemmage du pin maritime. Le gemmage s'est préférentiellement développé dans les Landes grâce à proximité de la forêt landaise, le plus grand massif forestier mono-essence français avec plus d'1,3 million d'hectares. Une fois que l'arbre est gemmé, la résine qui en sort peut être distillée en deux substances : l'essence de térébenthine, composé de terpènes, et la colophane, composé d'acides résiniques.

L'objectif de ce travail est de mettre à disposition des entreprises qui souhaitent développer le gemmage un outil d'analyses rapides et non destructifs pour leur permettre de déterminer la qualité de la résine gemmée directement sur le terrain.

Les recherches se sont concentrées sur un nouveau spectromètre miniaturisé récemment développé par la société *Consumer Physics*, le modèle utilisé est le *SCiO™ molecular sensor*. Ce spectromètre pèse 35 grammes et couvre une gamme spectrale comprise entre 700 et 1100 nm. Cette gamme spectrale étant proche du visible, il sera donc possible d'observer les transitions électroniques, les harmoniques et les bandes de combinaison des molécules présentes dans la résine.

Matériel et méthode

La méthode utilisée est décrite dans la Fig. 1.

Mesure des paramètres physicochimiques des poches de résine de pin maritime

Un échantillonnage a été réalisé pour quantifier les paramètres à modéliser. Le taux de térébenthine au sein de la résine a été déterminé par séchage en étuve. La résine a été ensuite décantée pour analyser les composés chimiques de l'essence de térébenthine et de la colophane, respectivement, par chromatographie gazeuse, et chromatographie liquide.

Acquisition des spectres avec le Spectromètre Proche InfraRouge et modélisation mathématique

La poche de résine gemmée a été malaxée manuellement. 6 spectres ont été acquis à travers chaque poche à 6 endroits différents. La médiane des 6 spectres a été calculée pour être représentative de la poche étudiée.

Par la suite, les spectres ont été prétraités avec différents algorithmes (SNV, DT2, etc) de manière à corriger les phénomènes physiques qui ont lieu lors de l'acquisition. Par la suite, des

algorithmes de sélection de sous-jeux de données ont été utilisés pour sélectionner des sous-jeux de calibration et de validation. Ces deux sous-jeux sont indépendants et permettent respectivement, de calibrer le modèle et d'évaluer ses performances par la validation du modèle. Enfin, les modèles prédictifs sont utilisés :

- La régression *Partial Least Squares (PLS)* ;
- Une autre modélisation mélange deux algorithmes : L'algorithme *Independent Component Analysis (ICA)* qui a permis d'extraire des signaux sources des spectres NIRs. Ensuite, l'algorithme *Multiple Linear Regression (MLR)* est utilisé pour construire les modèles ;
- Un dernier algorithme est emprunté au monde des sciences des données : *Least-Squares-Support Vector Machines (LS-SVM)*.

L'ensemble de la manipulation est réalisé sur un ordinateur équipé du logiciel Matlab (MathWorks, version R2019a).

Dans la suite, on s'intéressera uniquement à la régression PLS.

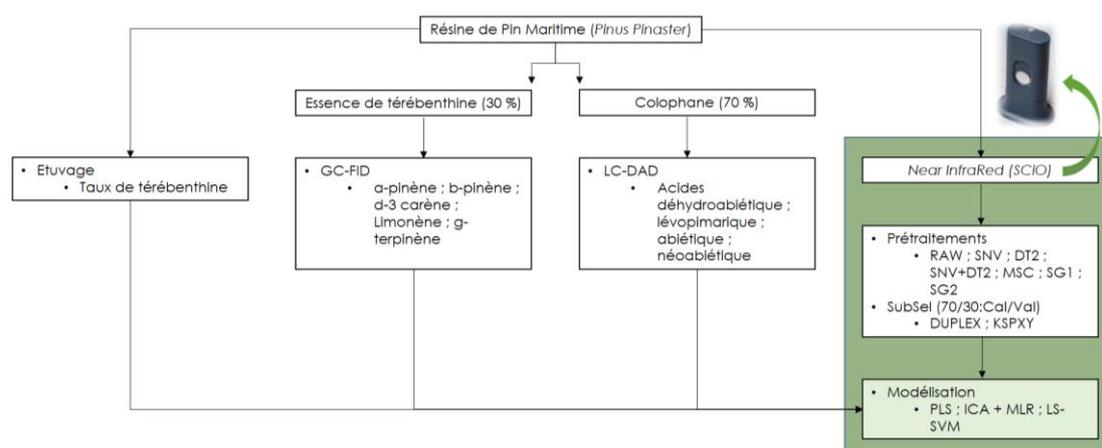


Fig. 1 : Résumé de la méthodologie employée pour, à la fois pour mesurer les paramètres physico-chimiques des poches de résine de pin maritime, et faire les modélisations mathématiques.

Résultats et discussion : Premiers résultats

Exemple : Résultats de la régression par PLS pour les modèles développés pour l' α -pinène

De nombreux facteurs physiques (décalage ligne de base, effets additifs et multiplicatifs, etc.) peuvent réduire la qualité des prédictions des modèles mathématiques. Le prétraitement spectral est une stratégie commune pour les éliminer. Le Tab. 1 montre l'influence de ces prétraitements sur les résultats d'analyse. Le prétraitement SG2 donne de meilleurs résultats de R^2 en comparaison avec les spectres bruts (RAW).

Tab. 1 : Résultats de la régression par PLS pour les modèles développés pour l' α -pinène

		PLS (70/30)		yvy (validation)				
LVs	Prét.	RMSEC	RMSEP	O. ori	SE (O. ori)	Pente	SE (Pente)	R ²
13	Brut (Raw)	2,553	3,923	2,707	7,597	0,939	0,119	0,739
16	SNV	2,169	5,026	-5,570	10,114	1,079	0,159	0,678
13	DT2	2,295	3,272	0,945	6,116	0,965	0,096	0,822
14	SNV + DT2	2,158	4,758	-3,336	9,577	1,042	1,150	0,687

14	MSC	2,189	6,062	-9,192	12,171	1,139	0,191	0,618
11	SG1	2,300	3,292	2,235	6,439	0,951	0,101	0,802
7	SG2	2,329	2,533	0,152	5,048	0,990	0,079	0,877

Résultats pour tous les paramètres

Le Tab. 2 reprend l'ensemble des analyses réalisées. Dans la colonne « Commentaires », des explications sont données sur les modèles réalisés.

Tab. 2 : Résultats de la régression par PLS pour les modèles développés

Méthodes	Paramètres à prédire	Commentaires
Etuvage	Taux de térébenthine	Modèles mathématiques fonctionnels uniquement sur l'échantillon prélevé de la poche de résine => Revoir l'échantillonnage des poches avant de créer à nouveau des modèles mathématiques
GC-FID	a-pinène	Modèles mathématiques fonctionnels => $R^2 > 0.95$
	b-pinène	
	d-3 carène	Modèles mathématiques non fonctionnels => Les teneurs à modéliser sont très peu élevées
	Limonène	
g-terpinène		
LC-DAD	Acide Déhydroabiétique	Modèles mathématiques non fonctionnels en LC-DAD => Méthode non adaptée (dû à l'influence des coefficients d'absorption molaires) => Alternative : Utilisation de la GC-FID après estérification de la colophane pour ne plus être lié à l'absorption des molécules
	Acide Lévoipimarique	
	Acide Abiétique	
	Acide Néoabiétique	

Conclusion et perspectives

La spectroscopie proche infrarouge donne de bons résultats pour la prédiction de certaines molécules comme l' α -pinène et le β -pinène qui sont les composés majoritaires de l'essence de térébenthine. D'autres propriétés restent à modéliser en utilisant des stratégies différentes : par exemple, pour les composés de l'essence de térébenthine présents en faible quantité, des ajouts de molécules pures à l'intérieur des poches de résine pourraient être utilisés. Pour les acides résiniques, une méthode d'analyse alternative par chromatographie gazeuse a été développée dans le but de permettre leur analyse.

Remerciements

Les auteurs remercient chaleureusement le Conseil Régional de la Nouvelle-Aquitaine, le Conseil Départemental des Landes, l'Agence nationale de la recherche et Xyloforest (ANR-10-EQPX-16), ainsi que la société Holliste.

Références

Chauchard, F., Cogdill, R., Roussel, S., Roger, J. M., & Bellon-Maurel, V. (2004). Application of LS-SVM to non-linear phenomena in NIR spectroscopy: Development of a robust and portable sensor for acidity prediction in grapes. *Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems*, 71(2), 141–150. <https://doi.org/10.1016/j.chemolab.2004.01.003>

Cogdill, R. P., Schimleck, L. R., Jones, P. D., Peter, G. F., Daniels, R. F., & Clark, A. (2004). Estimation of the physical wood properties of *Pinus taeda* L. radial strips using least squares

support vector machines. *Journal of Near Infrared Spectroscopy*, 12(4), 263–269.
<https://doi.org/10.1255/jnirs.434>

Gani, W., & Limam, M. (2016). A kernel distance-based representative subset selection method. *Journal of Statistical Computation and Simulation*, 86(1), 135–148.
<https://doi.org/10.1080/00949655.2014.996758>

Monakhova, Y. B., & Rutledge, D. N. (2019). Independent components analysis (ICA) at the “cocktail-party” in analytical chemistry. *Talanta*, 120451.
<https://doi.org/10.1016/j.talanta.2019.120451>

Wold, S., Sjöström, M., & Eriksson, L. (2001). PLS-regression: A basic tool of chemometrics. *Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems*, 58(2), 109–130.
[https://doi.org/10.1016/S0169-7439\(01\)00155-1](https://doi.org/10.1016/S0169-7439(01)00155-1)

D17: Caractérisation de tubes bois/composites pour des applications de crash-box

GUELOU Romain¹, EYMA Florent¹, CANTAREL Arthur¹, CASTANIE Bruno¹,
RIVALLANT Samuel¹

¹Institut Clément Ader (ICA), Université de Toulouse, ISAE-SUPAERO, INSA, IMT MINES ALBI, UTIII, CNRS, 3 rue Caroline Aigle, 31 400 Toulouse
romain.guelou@iut-tarbes.fr

Mots clés : absorption d'énergie, composites, sandwichs, contreplaqué, crash-box

Contexte et objectifs

Les travaux de (Susainathan et al., 2019) ont montré que des sandwichs constitués d'une âme en contreplaqué de peuplier et d'okoumé et de peaux en fibres de carbone, de verre, ou de lin/époxy avaient d'excellentes propriétés mécaniques en flexion, à l'impact et en compression après impact. Dans la continuité de ces travaux, la question du potentiel de ces matériaux pour des applications de crash et d'absorption d'énergie s'est posée. Pour une application de crash, la pièce dite « crash-box » est une pièce sacrificielle ayant pour objectif d'absorber un maximum d'énergie pour protéger la structure et donc les passagers. Les applications de crash-box sont diverses mais nous les retrouvons notamment dans le domaine de l'automobile ou de l'aéronautique (Fig. 1).

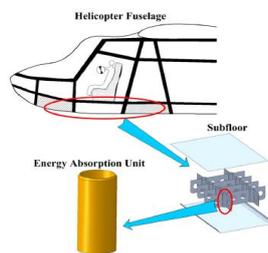


Fig. 1 : Absorption d'énergie dans un hélicoptère (Wang et al., 2016)

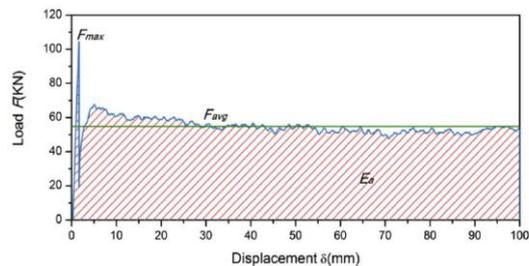


Fig. 2 : Courbe force-déplacement typique d'un tube circulaire composites en fibres de carbone/époxy (Sun et al., 2018)

L'étude bibliographique montre que la forme géométrie tubulaire circulaire est celle qui absorbe le plus d'énergie devant des formes tubulaires carrées (perte de 20%) et rectangulaires (50%) (Kindervater, 1990). Le mode de ruine impacte directement l'absorption d'énergie. L'évasement, aussi appelé « splayingcrushing mode » par (Hull, 1991), voit une séparation de l'épaisseur du tube en deux faisceaux où les faisceaux ont tendance à être sollicités en flexion. La fragmentation, appelée également « transverse shearing mode » par (Farley and Jones, 1989) voit la création de débris suite à des fissurations dans l'épaisseur du tube. (Guillon, 2008) montre qu'en fonction du mode de ruine obtenu, la quantité d'énergie absorbée est différente. Le premier critère caractéristique de l'absorption d'énergie est l'énergie absorbée correspondant à l'aire sous la courbe d'écrasement (Fig. 2) : $EA = \int_0^{\delta} F(x)dx$, en Joules. Le second est celui de l'énergie spécifique d'absorption (SEA), liant l'énergie absorbée à la masse de la structure et caractérise le potentiel d'absorption d'un matériau : $SEA = \frac{EA}{M_{structure}}$ en J/g. Le rapport entre la force moyenne d'absorption au cours du crash et la force maximale

donne le rapport d'uniformité des charges, noté CFE : $CFE = \frac{F_{moy}}{F_{max}}$, où F_{max} est le plus souvent le pic d'effort initial, avant écrasement. Ce rapport est souhaité le plus proche de 1 possible pour limiter ce pic d'effort qui dimensionne les accélérations encaissées par le passager, et ainsi optimiser l'absorption d'énergie.

Pour en savoir plus sur la potentialité de telles combinaisons (contreplaqué et composites), nous avons réalisé des tubes sandwichs et des tubes en bois (peuplier) que nous avons écrasé en statique (5 mm/min). Leur diamètre intérieur est de 50 mm sur une longueur totale de 120 mm, pour une longueur écrasée de 90 mm. Ces tubes nous ont permis de faire des choix de matériaux de mise en œuvre : nous avons caractérisé trois types de colle à bois. La première colle à bois a été fournie par la société Rolkem correspondant à une résine phénolique pour le collage de contreplaqué. La seconde colle est fournie par la société Kleiberit : c'est une colle monocomposante à base de polyuréthane utilisée pour le collage d'éléments portants en bois. Enfin la troisième colle correspond à un film adhésif d'époxy FM 73 provenant de la société Cytec utilisé pour tout type de collage dans l'aéronautique (métal-métal, composites-composites et métal-composites). Pour la réalisation des tubes sandwichs, nous avons utilisé un taffetas de carbone à 220g/m² pré-impregné d'époxyde. Deux types d'écrasement ont été réalisés : des tubes en bois (6 plis de peuplier) et des tubes sandwichs (3 plis de peuplier et 4 plis de carbone au total).

Résultats expérimentaux et discussion

Ecrasements de tubes en bois (6 mm d'épaisseur totale)

La Fig. 3 montre l'écrasement de tubes identiques (à la colle employée près). L'objectif ici est d'observer l'influence de la colle employée sur l'absorption d'énergie.



Fig. 3 : Influence des 3 types de colle sur les courbes force-déplacement pour des tubes bois

Il s'est avéré que la colle Rolkem présente les performances les plus basses en termes de SEA et d'énergie absorbée (Tab. 1). Ces mauvaises performances sont attribuées à un manque d'impregnation due à une pression trop faible entre les interfaces engendrant une décohésion

au niveau de l'interface du joint de colle (visible sur la Fig 3). La colle blanche et l'époxy offrent des performances plus intéressantes au regard de l'énergie absorbée ou de la SEA. Il a cependant été constaté sur les deux tubes écrasés que ce soit pour l'époxy ou la colle blanche, que si l'initiation de la ruine, qui s'effectue par une fissure longitudinale (le long des fibres à 0°) venant séparer en plusieurs sections le tube, est trop brusque (i.e. avec la présence d'une fissure longitudinale très importante) alors la rigidité du tube et l'absorption d'énergie sont plus faibles.

Tab. 1 : Performances d'écrasements des tubes en bois en fonction de la colle employée

	Fmax (N)	Fmoy (N)	EA TOT (J)	SEA TOT (J/g)	CFE	Ltube (mm)	Mtube (g)
Rolkem #1	19 001	4 251	404	6,4	0,22	120,42	63,59
Rolkem #2	22 332	3 131	319	4,7	0,14	119,22	68,33
Epoxy #1	30 713	5 560	693	11,2	0,18	120,63	62,04
Epoxy #2	35 012	5 729	302	4,9	0,16	117,94	61,53
Blanche #1	38 033	2 644	415	5,8	0,07	119,57	71,71
Blanche #2	41 650	5 246	964	12,3	0,13	119,69	78,38

Ecrasements de tubes sandwichs (4 mm d'épaisseur totale)

Un tube composite possédant 4 plis a été écrasé dans les mêmes conditions (géométrie, vitesse etc...) que les autres tubes sandwich afin de voir l'apport du bois en tant que matériaux d'âme (Fig. 4).

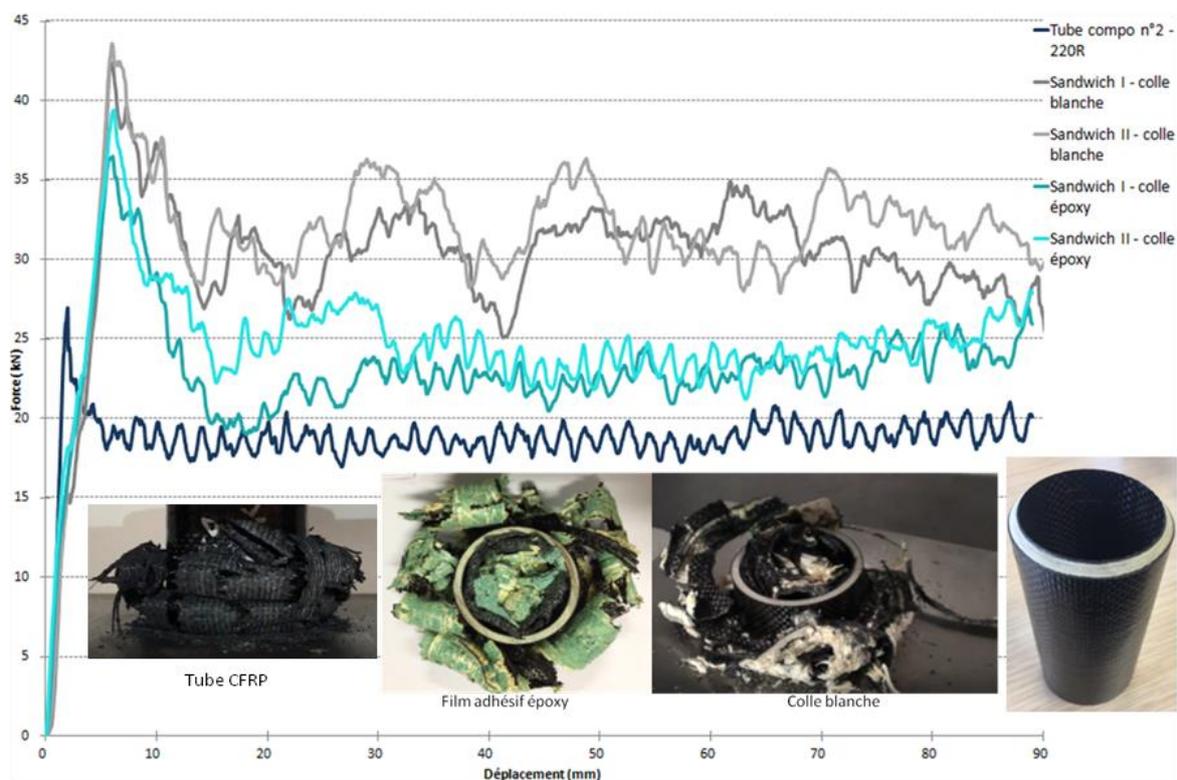


Fig. 4 : Influence de la colle sur les courbes force-déplacement des tubes sandwichs

A partir des essais d'écrasements des tubes en bois, nous avons éliminé la colle Rolkem pour ses performances plus basses que les deux autres. De manière naturelle, le fait d'intégrer le bois en matériau d'âme du sandwich augmente la force moyenne d'écrasement et donc l'énergie absorbée (Tab. 2). Cependant, si nous regardons la SEA de ces tubes, nous pouvons constater que le bois alourdit la structure faisant baisser la SEA. Nous pouvons constater qu'en termes

d'énergie absorbée et SEA, les tubes sandwichs élaborés à partir de la colle blanche sont plus performants que les tubes sandwichs avec le film adhésif époxy. Les modes de ruine de ces sandwichs sont comparables au mode de ruine constaté sur le tube composite seul : de l'évasement et de la fragmentation sont présents.

Tab. 2 : Performances d'écrasements des tubes sandwichs en fonction de la colle employée

	Fmax (N)	Fmoy (N)	EA TOT (J)	SEA TOT (J/g)	CFE	Ltube (mm)	Mtube (g)
Tube compo n°1 - 220R	22 544	18 753	1 646	61,1	0,83	118,54	26,96
Sandwich I - colle blanche	42365	30531	2717	47,1	0,72	119,83	57,72
Sandwich II - colle blanche	43575	32035	2852	46,9	0,74	119,67	60,82
Sandwich I - colle époxy	36489	22657	2047	32,9	0,62	118,57	62,16
Sandwich II - colle époxy	39383	24465	2205	34,4	0,62	118,86	64,13

Conclusion et perspectives

Ces travaux nous ont permis de faire un choix de matériaux de mise en œuvre. Dans un premier temps, les écrasements de tubes en bois nous ont permis de mettre en évidence les faibles performances de la colle Rolkem, avec notre procédé, par rapport à la colle blanche ou époxy. Dans un second temps, cette étude nous a permis de montrer que sur les tubes sandwichs carbone-peuplier la colle blanche permet d'obtenir des performances d'absorption d'énergie supérieures à celles obtenues avec le film adhésif époxy.

Pour la suite des travaux, nous avons donc retenu la colle blanche pour la mise en œuvre des tubes. Dans le futur, une recherche d'optimisation sur l'épaisseur de bois et de composites sera réalisée dans le but d'améliorer les performances spécifiques d'absorption de ces tubes.

Références

- Farley, G.L., and Jones, M.R. (1989). Energy absorption capability of composites tubes and beams. PhD Thesis. NASA TM 10634.
- Guillon, D. (2008). Etude des mécanismes d'absorption d'énergie lors de l'écrasement progressif de structures composites à base de fibre de carbone. PhD Thesis. Institut Supérieur de l'Aéronautique et de l'Espace, ISAE, Ecole doctorale : Mécanique, énergétique, génie civil et procédés.
- Hull, D. (1991). A unified approach to progressive crushing of fibre-reinforced composite tubes. *Composites Science and Technology* 40, 377–421.
- Kindervater, C.M. (1990). Energy absorption of composites as an aspect of aircraft structural crash-resistance. In *Developments in the Science and Technology of Composite Materials*, (Springer Netherlands), pp. 643–651.
- Sun, G., Li, S., Li, G., and Li, Q. (2018). On crushing behaviors of aluminium/CFRP tubes subjected to axial and oblique loading: An experimental study. *Composites Part B: Engineering* 145, 47–56.
- Susainathan, J., Eyma, F., De Luycker, E., Cantarel, A., Bouvet, C., and Castanie, B. (2019). Experimental investigation of compression and compression after impact of wood-based sandwich structures. *Composite Structures* 220, 236–249.
- Wang, Y., Feng, J., Wu, J., and Hu, D. (2016). Effects of fiber orientation and wall thickness on energy absorption characteristics of carbon-reinforced composite tubes under different loading conditions. *Composite Structures* 153, 356–368.

D18: Evaluation de la santé structurale des structures en bois lamellé-collé : détermination d'un modèle pour le suivi de l'humidité

UWIZEYIMANA Placide¹, PERRIN Marianne¹, EYMA Florent¹

¹Institut Clément Ader, IUT de Tarbes - Dépt GMP, 1 rue Lautréamont, 65000 Tarbes
placide.uwizeyimana@iut-tarbes.fr, marianne.perrin@iut-tarbes.fr, florent.eyma@iut-tarbes.fr

Mots clefs : CND ; Bois lamellé-collé ; mesures électriques ; intégration de capteurs

Contexte et objectifs

Le développement de produits innovants et de haute technologie comme les éléments en bois lamellé-collé (LC) a rendu possible la construction d'ouvrages d'art de plus grandes dimensions (SETRA 2006). Néanmoins, les problèmes de durabilité, comme la fissuration, la délamination, les attaques fongiques et les attaques d'insectes dues aux variations d'humidités ou cycles d'humidification/séchage (H/S) constituent un obstacle pour le développement de ces ouvrages (D'Ayala et al. 2014). De ce fait, les gestionnaires d'ouvrages en bois ont exprimé leur besoin en techniques de contrôle en continu de l'humidité des structures en bois LC (Kasal 2013). Cela leur permettra d'intervenir au plus vite sur les ouvrages dès que le risque de pathologie survient. Depuis quelques années, la mesure de l'humidité dans les ouvrages d'art en bois est généralement basée sur les méthodes résistives (Dietsch et al. 2014). Pour le contrôle de l'humidité locale du bois LC, une étude récente a montré un fort potentiel pour l'utilisation d'électrodes surfaciques intégrées au niveau de chaque lamelle (Li et al. 2018). Ces dernières sont économiquement intéressantes et faciles à instrumenter. De plus, elles ne demandent aucun usinage supplémentaire du bois contrairement à l'instrumentation par des électrodes de type pointe. Les capteurs surfaciques permettent également de suivre les humidités internes et locales dans les lamelles des poutres LC afin d'avoir une prédiction plus fiable de la durée de vie résiduelle des ouvrages en bois. De cette manière, il sera possible d'accéder à des informations plus précises, permettant d'établir un lien direct entre les cycles climatiques d'humidification/séchage et la durée de vie résiduelle de l'ouvrage. Cependant, plusieurs paramètres influencent les mesures et peuvent entraîner des erreurs dans l'estimation de l'humidité. L'objectif de cette étude est donc d'identifier ces paramètres d'influence et de définir un modèle permettant d'avoir une estimation plus fiable de l'humidité des structures en bois LC.

Matériels et méthodes

Cette étude a été menée sur le Douglas du fait de sa très forte utilisation dans la construction des ouvrages en France. La particularité de cette essence est sa durabilité naturelle et ses propriétés mécaniques remarquables (SETRA 2006). Les échantillons LC ont été obtenus sur une même planche pour réduire les incertitudes liées à la variabilité du matériau. Chaque échantillon LC est composé de trois lamelles de 10 mm d'épaisseur pour faciliter l'absorption de l'humidité. Le protocole et l'appareil de mesure de l'humidité ont été préalablement validés (Li 2017 ; Uwizeyimana et al. 2018). Par la suite, plusieurs paramètres influençant les mesures ont été explorés afin de valider cette technologie basée sur une mesure résistive via des capteurs surfaciques. Dans un premier temps, l'influence de la taille du capteur a été étudiée pour identifier la bonne dimension d'électrode permettant de réaliser une mesure fiable de l'humidité. La taille d'électrode étant validée, l'influence des capteurs intégrés entre les lamelles sur les propriétés mécaniques des poutres en bois LC a été étudiée. Comme les ouvrages d'art sont généralement sollicités en flexion, des essais de flexion quatre-points ont

été réalisés. La résistance à la rupture et le module d'élasticité en flexion ont été déterminés suivant la norme EN 408 (2012). Une comparaison a ensuite été faite entre les échantillons non instrumentés et ceux instrumentés. Une fois l'instrumentation est validée, des essais ont été réalisés pour déterminer un modèle pour le suivi de l'humidité. Les ouvrages d'art étant exposés à des conditions climatiques d'humidité et de température variables, l'influence de la température et de l'humidité sur la résistance électrique a été étudiée en prenant en compte la plage d'humidité présente dans les ouvrages d'art situés à l'extérieur.

Conclusions et perspectives

L'objectif de cette étude est, d'une part, de mettre en évidence les paramètres influençant le suivi de l'humidité des structures en bois LC. D'une autre part, d'établir un modèle permettant d'avoir une estimation fiable de l'humidité des ouvrages exposés dans un environnement variable. Les résultats montrent que la taille des électrodes affecte les mesures et que les électrodes de petit diamètre permettent de réaliser des mesures fiables. L'industrialisation de cette instrumentation ne pouvait se faire qu'après avoir étudié l'influence des électrodes surfaciques sur les propriétés mécaniques des poutres LC. Les essais réalisés ont montré que les électrodes intégrées dans un joint de collage n'ont pas d'impact sur la résistance à la rupture et le module d'élasticité en flexion. Cette étude a également montré que la résistance électrique diminue fortement lorsque la température du bois augmente. Finalement, le modèle exprimant l'humidité en fonction de la résistance électrique et de la température a été obtenu.

La prochaine étape de ce travail consistera à appliquer cette technologie pour un suivi de l'humidité à plus long terme. Actuellement, un système sans fil capable d'envoyer des données au centre d'acquisition est développé. Il permettra ensuite de réaliser la surveillance in situ et l'inspection des structures en bois LC.

Références

- D'Ayala D., Branco JM., Riggio M. et al. (2014) Assessment, reinforcement and monitoring of timber structures: FPS Cost Action FP1101. Mexico City, Mexico, pp 1–12.
- Dietsch P., Gamper A., Merk M., Winter S. (2014) Monitoring Building Climate and Timber Moisture Gradient in Large-Span Timber Structures. *J. Civ. Struct. Health Monit.* 5:153–165.
- EN 408 (2012) Structures en bois - Bois de structure et bois lamellé-collé - Détermination de certaines propriétés physiques et mécaniques.
- Kasal B. (2013) Assessment, Reinforcement and Monitoring of Timber Structures - COST FP1101. *Adv. Mater. Res.*, 778:1037–1040.
- Li H., Perrin M., Eyma F., Jacob X., Gibiat V. (2018) Moisture Content Monitoring in Glulam Structures by Embedded Sensors via Electrical Methods. *Wood Sci. Technol.* 52:733-752.
- Li H. (2017) Utilisation de matériaux bois intelligents pour la gestion durable des infrastructures. Thèse de Doctorat, Université de Toulouse.
- SETRA (2006) Les Ponts en Bois: Comment Assurer leur Durabilité. SETRA (Service d'Etudes Technique des Routes et Auto-routes), France.
- Uwizeyimana P., Perrin M., Eyma F. (2018) Suivi de la santé structurale des infrastructures en bois par intégration de capteurs. 7^{ème} journées du GDR 3544, Cluny.

Session participants distants (non présents pour raison financière)

E01 : Contribution à l'étude des propriétés mécaniques du bambou de *Raphia vinifera l. arecacea*

FOADIENG Emmanuel^{1,2}, TALLA Pierre Kisito¹, FOGUE Médard², Azeufack Ulrich^{1,2}

¹ENSET de Kumba, Université de Buea, Cameroun

²Faculté des Sciences, UR-ISIE, UR-2MSP, Université de Dschang, Cameroun

foidieng@yahoo.fr

Mots clefs : bambou de Raphia ; coque ; moelle ; matériau composite ; module d'élasticité ; cisaillement ; résistance.

1 Contexte et objectif

Dans cette étude, le « bambou de Raphia » (Ingram et al, 2010) est le pétiole d'une palme de Raphia Vinifera L. Arecacea largement utilisé dans notre région comme matériau de construction bon marché, abondant et à croissance rapide. Pour un usage sécurisé de ce matériau dans la construction, la maîtrise de ses propriétés mécaniques est une nécessité. Quelques informations sur ses propriétés de base ont été examinées, mais l'étude de ses propriétés mécaniques et les applications comme matière première pour les produits composites est très limitée. Dans nos investigations, nous assimilons ce matériau au bois afin d'évaluer ses différentes propriétés élastiques et sa résistance (Chih-Lung, 2007).

2 Matériels et méthodes

- **Caractéristiques de l'espèce étudiée :** Après trois mois de séchage et de conditionnement dans le laboratoire, douze échantillons ont été sélectionnés pour les tests. Les éprouvettes d'essai sont dimensionnées selon la norme NE NF 408.

- **Traction simple** (jusqu'à la rupture) : elle a permis d'évaluer le module d'élasticité de la coque et sa résistance.

- **Flexion 3 et 4 points :** Pour minimiser les effets indésirables de flexion, deux jauges électriques d'extensométrie ont été collées de façon symétrique sur l'éprouvette et parallèlement à son axe (Talla et al, 2007), et câblées de façon à réaliser un demi-pont de Wheatstone (Avril et Brule, 1984). Les déformations sont mesurées directement à l'aide d'un pont d'extensométrie moderne EI 616 de marque DELTALAB.

3 Résultats et discussions

Douze éprouvettes ont été testées dans chaque série d'essais sous une température de 24°C et une humidité relative de l'air de 70%.

- Propriétés mécaniques de la moelle en flexion

Tab. 1 : module d'élasticité longitudinale (E_m), charge à la rupture (P_{max}), résistance (F_m), porosité γ , module apparent (E_a) et module de cisaillement longitudinal (G) **de la moelle**

EPROUVETTE	E_m (MPa)	P_{max} (N)	F_m (MPa)	γ %	E_a (MPa)	G (MPa)
MOYENNE	958,99	161,68	738,22	91,45	52,10	5,81
ECART-TYPE	9,39	9,39	42,74	2,26	6,87	0,57

- Module d'élasticité de la coque et sa résistance en traction axiale

Le module d'élasticité et la porosité de la coque du bambou de raphia ont été estimés.

Tab. 2 : module d'élasticité (E_c), résistance en traction (F_m) et porosité γ **de la coque.**

EPROUVETTE	E_C (MPa)	P_{max} (KN)	F_m (MPa)	γ %
MOYENNE	17043,40	2,01	246,88	53,83
ECART-TYPE	852,47	0,10	12,50	4,82

- Module d'élasticité du bambou de raphia et sa résistance en flexion

Nous avons considéré que c'est un matériau composite à fibres parallèles où la coque est le renfort et la moelle la matrice. Ainsi nous avons utilisé la loi des mélanges pour déterminer le module d'élasticité transversal $E_{gT,cal}$ du matériau. (Sylvie P. ; 2010).

Tab. 3 : module d'élasticité longitudinal expérimental (E_{gL}), module d'élasticité longitudinal calculé ($E_{gL,cal}$), charge ultime à la rupture (P_{max}) et résistance du bambou de raphia (F_m).

EPROUVETTE	E_m (MPa)			P_{max} (N)	F_m (MPa)
	E_{gL}	$E_{gL,cal}$	$E_{gT,cal}$		
MOYENNE	13008,17	12383,92	3148,92	1339,17	5942,48
ECART-TYPE	1244,89	1006,08	261,84	134,26	687,35

4 Conclusion et perspectives

L'objectif général de ce travail était d'étudier les propriétés élastiques du bambou de raphia en flexion et sa résistance, à température ambiante du laboratoire. Des essais statiques, nous avons évalué les modules d'élasticité et de cisaillement, et la résistance du bambou de raphia. Il en ressort que la moelle est le maillon faible du bambou de raphia responsable de sa grande souplesse puisque la coque peut être classée parmi les bois durs. Le module d'élasticité du bambou de raphia *Vinifera L. Areceacea* se rapproche de celui des bois de construction. On peut le classer parmi les bois légers utilisés en décoration et en revêtement interne. C'est un matériau composite à fibres parallèles car le module d'élasticité obtenu de la loi des mélanges est proche du module d'élasticité obtenu expérimentalement.

Sans être exhaustives, des investigations doivent être menées afin de compléter l'étude et d'évaluer les propriétés viscoélastiques, viscoplastiques et mécanosorptives de ce matériau.

5 Références

- Avril J., Brule J.C. (1984), « Encyclopédie d'analyse des contraintes », Publié par Micromesures, 98, boul. Gabriel Péri, 92240 Molakof, France, 1984.
- Chih-Lung Cho (2007), "Comparison of Three Methods for Determining Young's Modulus of Wood", *Taiwan Journal For Science* 22 (3): P 297-306
- Ingram V., Tieguhong J.C., Nkamgnia E.M., Eyebe J.P. and Npawe M. (2010), "Bamboo production to consumption system, Cameroon". CIFOR (Center for International Forestry Research), Bogor, Indonesia
- Sylvie Pommier, (2009-2010), « Mécanique des Matériaux, Université Pierre et Marie Curie, CNS-CACHAN, La Science à Paris.
- Talla P.K., Pelap F.B., Fogue M., Fomethe A., Bawe G.N., Foadieng E. and Foudjet A. (2007), "Nonlinear Creep behaviour of *Raphia vinifera L. Areceacea*", *International Journal of Mechanics and solids*, Vol. 2, N° 3.

E02 : Contribution à l'étude des propriétés mécaniques de *Pericopsis elata* par classe de diamètre

FOUOTSA WOUTSOP Christian Martial^{1,2}, FOADIENG Emmanuel^{2,3}, TALLA Pierre Kisito¹, FOGUE Médard²

¹ UR-2MSP, Université de Dschang, Cameroun

² UR-ISIE, Université de Dschang, Cameroun

³ HTTTC, Kumba, University of Buea, Cameroon

christianfouotsa@yahoo.fr

Mots-clés : *Pericopsis elata* ; Module d'élasticité ; Contrainte de rupture ; flexion ; Compression.

Contexte et objectif

Mis en œuvre très souvent de façon empirique, le bois de *Pericopsis elata* pose d'énormes problèmes de sécurité et de dimensionnement, par exemple pour la réalisation des ponts et des charpentes lourdes. Face aux exigences de compétitivités, il est nécessaire d'optimiser le choix du matériau et le dimensionnement des structures en bois. Ceci impose une maîtrise des caractéristiques physiques et surtout mécaniques du bois, ce qui contribuerait de façon significative à réduire le déboisement grâce à la longévité des édifices réalisés. Beaucoup de travaux ont été faits sur ses propriétés mécaniques en général, mais aucun auteur n'a étudié la variation de ses propriétés mécaniques.

L'essence *Pericopsis elata* présente beaucoup de défauts de bois de cœur et constitue pour les exploitants forestiers un sérieux problème, car ils n'arrivent pas à trouver suffisamment de ressource de bonne qualité. L'objectif de la présente recherche est d'étudier la variation du module d'élasticité en flexion et la résistance en compression axiale du *Pericopsis elata* en fonction du diamètre de l'arbre. Les résultats obtenus permettront ainsi à terme de déterminer le diamètre minimum d'exploitabilité, tout en garantissant de bonnes propriétés physico-mécaniques du matériau.

Matériels et méthodes

Matériel expérimental

Pericopsis elata est une espèce appartenant à la famille des Fabaceae (Boyemba, 2011), répandue dans les pays de l'Afrique centrale et de l'Ouest. L'arbre atteint jusqu'à 1,70 m de diamètre à 1,30 m du sol et 30 à 50 m de haut. De nom commercial Afrormosia ou Assamela, *Pericopsis elata* est une essence héliophile caractéristique de la forêt ombrophile de terre ferme.

Mode de prélèvement des éprouvettes

Le mode d'usinage des éprouvettes de flexion 4-points répond aux exigences des normes NF B 51-008 (AFNOR, 1987a) et NF B 51-016 (AFNOR, 1987b) ; ceux de la compression, à la norme NF B 51-007 (AFNOR, 1985b). Hormis le fait que les éprouvettes n'aient pas été essayées à l'humidité de référence prévue (12 %), les conditions générales d'essais répondent aux exigences de la norme française NF B 51-003 (AFNOR, 1985a).

Méthodes d'essai

Les essais de qualification ont été réalisés sur des éprouvettes normalisées sans défauts, conformément à la norme NF B 51-003.

Module d'élasticité en flexion statique

La méthode, décrite par la norme française NF B 51-016, permet de déterminer le module d'élasticité dans la zone de flexion pure en déformation élastique, sous une charge progressive croissante appliquée aux tiers points. Ce test est réalisé en flexion 4-points qui, en comparaison à la flexion 3-points, donne une valeur du module d'élasticité plus exacte (Sales, 1977). Les jauges, utilisées et montées en demi-pont de Wheatstone, sont du type BF120-25AA-F-X1-V2, de résistance $(120.0 \pm 0.1) \Omega$ et de facteur de jauge $(2.0 \pm 1) \%$. Le module d'élasticité est calculé ici par une régression linéaire *contrainte/déformation* ; où E représente la pente de la droite affine $\sigma = E\varepsilon$. Les déformations sont mesurées grâce à un pont d'extensométrie DELTALAB EI616.

Contrainte de rupture en compression axiale

Nous ne présenterons ici que le résultat des contraintes de rupture axiale, déterminées sur des éprouvettes prescrites par la norme NF B 51-007.

Résultats et discussion

Les figures 1 et 2 présentent pour les diamètres 54 et 85 cm un exemple illustratif de la courbe *contrainte/déformation* pour la détermination du module d'élasticité en flexion 4-points des éprouvettes AF(Ø54).1 et AF(Ø85).1 correspondantes.

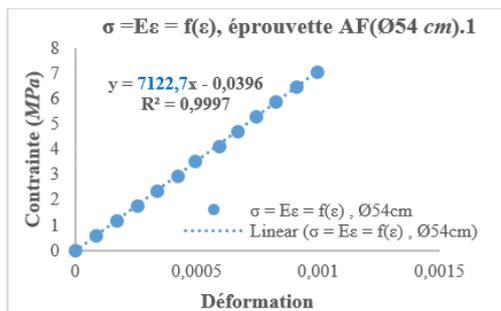


Fig. 1 : Régression linéaire contrainte/déformation de détermination du module d'élasticité en flexion 4-points de

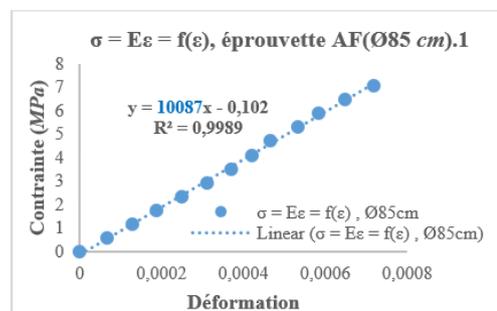


Fig. 2 : Régression linéaire contrainte/déformation de détermination du module d'élasticité en flexion 4-points de

l'éprouvette AF(Ø54) 1 pour le diamètre 54 cm et l'éprouvette AF(Ø85) 1 pour le diamètre 85 cm. Ceci est justifié davantage par les résultats de l'étude des propriétés physiques par tranche de diamètre (Fouotsa et al., 2019).

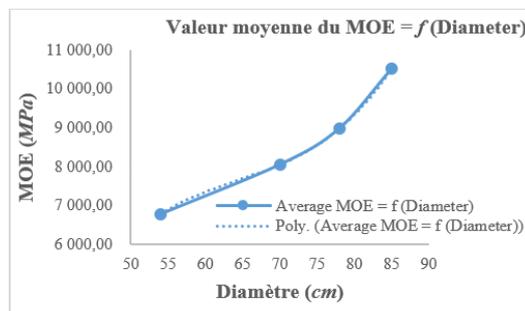


Fig. 3 : Courbe d'évolution du Module d'Élasticité en flexion statique 4-points par tranche de diamètre.

Les tableaux 1, 2, 3 et 4 présentent les contraintes de ruptures en compression axiale pour les quatre classes de diamètre considérées. La figure 4 qui accompagne ces tableaux donne l'allure de l'évolution des différentes contraintes moyennes de rupture par classe de diamètre.

Tab. 1 : Contraintes de rupture en compression axiale, diamètre 54 cm

Éprouvette	Contrainte de rupture à l'humidité H (MPa)	Contrainte de rupture à 12 % d'humidité (MPa)	Humidité au cours de l'essai (%)
ACL(Ø54).1	68,42	68,11	11,89
ACL(Ø54).2	66,71	66,76	12,02
ACL(Ø54).3	68,42	68,38	11,99
ACL(Ø54).4	68,42	67,62	11,71
ACL(Ø54).5	66,71	65,96	11,72
ACL(Ø54).6	66,71	65,71	11,63
ACL(Ø54).7	66,71	66,17	11,80
ACL(Ø54).8	68,42	67,79	11,77
ACL(Ø54).9	66,71	66,05	11,75
ACL(Ø54).10	66,71	64,99	11,36
ACL(Ø54).11	68,42	67,61	11,70
ACL(Ø54).12	68,42	66,60	11,34
Moyenne	67,56	66,81	11,72
Écart-type	0,89	1,07	0,21

Tab. 2 : Contraintes de rupture en compression axiale, diamètre 70 cm

Éprouvette	Contrainte de rupture à l'humidité H (MPa)	Contrainte de rupture à 12 % d'humidité (MPa)	Humidité au cours de l'essai (%)
ACL(Ø70).1	68,42	66,40	11,26
ACL(Ø70).2	68,42	66,87	11,43
ACL(Ø70).3	71,84	70,30	11,46
ACL(Ø70).4	70,13	69,18	11,66
ACL(Ø70).5	68,42	66,63	11,35
ACL(Ø70).6	68,42	66,83	11,42
ACL(Ø70).7	70,13	68,47	11,41
ACL(Ø70).8	68,42	66,85	11,43
ACL(Ø70).9	68,42	66,41	11,27
ACL(Ø70).10	66,71	65,16	11,42
ACL(Ø70).11	71,84	70,49	11,53
ACL(Ø70).12	71,84	69,54	11,20
Moyenne	69,41	67,76	11,40
Écart-type	1,70	1,75	0,13

Tab. 3 : Contraintes de rupture en compression axiale, diamètre 78 cm

Éprouvette	Contrainte de rupture à l'humidité H (MPa)	Contrainte de rupture à 12 % d'humidité (MPa)	Humidité au cours de l'essai (%)
ACL(Ø78).1	71,84	71,33	11,82
ACL(Ø78).2	71,84	71,53	11,89
ACL(Ø78).3	71,84	69,92	11,33
ACL(Ø78).4	71,84	69,27	11,10
ACL(Ø78).5	71,84	71,05	11,73
ACL(Ø78).6	71,84	69,80	11,29
ACL(Ø78).7	70,13	68,86	11,55
ACL(Ø78).8	70,13	69,38	11,73
ACL(Ø78).9	71,84	71,13	11,75
ACL(Ø78).10	70,13	68,96	11,58
ACL(Ø78).11	70,13	69,80	11,88
ACL(Ø78).12	71,84	70,84	11,65
Moyenne	71,27	70,15	11,61
Écart-type	0,84	0,97	0,25

Tab. 4 : Contraintes de rupture en compression axiale, diamètre 85 cm

Éprouvette	Contrainte de rupture à l'humidité H (MPa)	Contrainte de rupture à 12 % d'humidité (MPa)	Humidité au cours de l'essai (%)
ACL(Ø85).1	83,81	82,10	11,49
ACL(Ø85).2	88,94	86,67	11,36
ACL(Ø85).3	83,81	83,77	11,99
ACL(Ø85).4	88,94	84,61	10,78
ACL(Ø85).5	88,94	86,72	11,38
ACL(Ø85).6	76,97	77,11	12,05
ACL(Ø85).7	88,94	85,41	11,01
ACL(Ø85).8	78,68	78,55	11,96
ACL(Ø85).9	83,81	85,51	12,51
ACL(Ø85).10	76,97	77,51	12,18
ACL(Ø85).11	75,26	75,98	12,24
ACL(Ø85).12	76,97	76,16	11,74
Moyenne	82,67	81,67	11,72
Écart-type	5,47	4,30	0,52

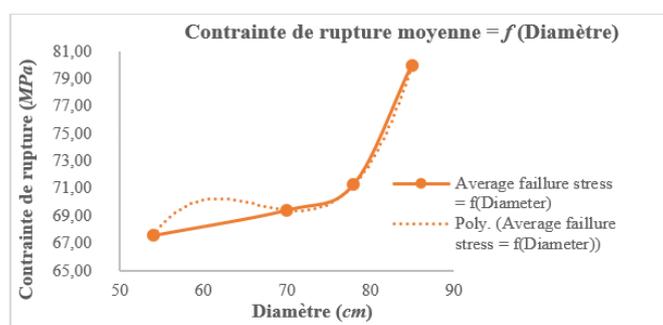


Fig. 4 : Courbe d'évolution des différentes contraintes moyennes de rupture en compression axiale pour les diamètres 54, 70, 78 et 85 cm considérés

Conclusion et perspectives

Il ressort de cette étude, que les contraintes de ruptures en compression axiale croient avec le diamètre de l'arbre ; idem pour le module d'élasticité en flexion. Le bois *Pericopsis elata* de la forêt de Mindourou, Région de l'Est du Cameroun, présente suivant la direction axiale de très bonnes propriétés mécaniques en comparaison des résultats de la littérature (Gérard et al., 1998 ; Benoit, 2008). Nous notons dans l'ensemble une faible variation de ces propriétés mécaniques entre 50 et 78 cm et une variation rapide au-delà de 78 cm de diamètre (Fig. 3). Nous pouvons conseiller aux exploitants forestiers d'abattre les arbres de cette espèce à partir de 80 cm de diamètre. Cette analyse vient corroborer nos résultats issus de l'étude des propriétés physiques (Fouotsa et al., 2019).

La caractérisation mécanique du matériau bois n'est pas une œuvre aisée. Aussi, ce travail ouvre une perspective pour des investigations futures. À cet effet, nous menons actuellement l'étude du comportement différé de *Pericopsis elata* à humidité constante.

Références

- AFNOR (1985a). Norme française NF B 51-003. Bois–Conditions générales d'essais. Essais physiques et mécaniques. Paris : Association française de normalisation, 4 p.
- AFNOR (1985b). Norme française NF B 51-007. Bois–Essais de compression axiale. Paris : Association française de normalisation, 3 p.
- AFNOR (1987a). Norme française NF B 51-008. Bois–Essai de flexion statique. Détermination de la résistance à la flexion statique de petites éprouvettes sans défaut. Paris : Association française de normalisation, 5 p.
- AFNOR (1987b). Norme française NF B 51-016. Bois–flexion statique. Détermination du module d'élasticité en flexion statique de petites éprouvettes sans défaut. Paris : Association française de normalisation, 6 p.
- Benoit, Y. (2008). Le guide des essences de bois : 74 essences, les choisir, les reconnaître, les utiliser. Éditions Eyrolles (61, boulevard Saint-Germain, 75240 Paris cedex 05), Deuxième édition, ISBN 978-2-212-12086-8, 145 p.
- Boyemba, F. B. (2011). Écologie de *Pericopsis elata* (Harms) Van Meeuwen (Fabaceae), arbre de forêt tropicale africaine à répartition agrégée. Thèse présentée pour l'obtention du diplôme de Doctorat/Ph.D, Université Libre de Bruxelles, Bruxelles, 181 p.
- Fouotsa Woutsop, C. M., Foadieng, E., Mtopi Fotso, B. E., Azeufack, U. G., Talla, P. K., Fogue, M. (2019). Contribution to the Study of Variations of Physical Properties of *Pericopsis elata* with Respect to Different Stages of Growth. American Journal of Materials Research. Vol. 6, No. 2, pp. 11-20.
- Gérard, J., Edi Kouassi, A., Daigremont, C. et al. (1998). Synthèse sur les caractéristiques technologiques de référence des principaux bois commerciaux africains. CIRAD-Forêt (Campus International de Baillarguet, BP 5035, 34032 Montpellier cedex 01), France, 185p.
- Sales, C. (1977). Étude rhéologique des bois tropicaux : Le module d'élasticité. *Revue Bois et Forêts des Tropiques*, N°176, 19 p.

E03 : Biosorption des résidus agroforestiers de *Lophira lanceolata*

NONVIHO Guevara^{1,2}, KOUAGOU Serge², GEORGES Béatrice², GAMBIER François², SOGBOCHI Elie¹, SOHOUNHLOUE C. K. Dominique¹, BROSSE Nicolas²

¹Laboratoire d'Etude et de Recherche en chimie Appliquée (LERCA), Unité de Recherche sur les Interactions Moléculaires (URIM), EPAC/UAC, 01 BP 2009 Cotonou, BENIN

²Laboratoire d'Etude et de Recherche sur le MAteriau Bois (LERMAB), Faculté des Sciences et Techniques, Université de Lorraine, Bld des Aiguillettes, F-54500 Vandoeuvre-les-Nancy, FRANCE

gnonviho@gmail.com

Mots clés : Adsorption ; Bleu de méthylène ; isothermes d'adsorption ; cinétique d'adsorption, caractérisation pariétale

Contexte et Objectifs

Chaque année, une quantité importante de sous produits issus des exploitations agro-forestières est rejetée dans la nature. On assiste de même à la dégradation accrue des ressources en eau par les résidus industriels chargés de colorants synthétiques et de produits chimiques (Gamoudi et Srasra, 2019). Pour résoudre ces problèmes, il existe de nombreuses méthodes de traitement des eaux en vue de leur dépollution. La plupart procède par une combinaison de traitements physiques (coagulation, floculation...) et chimiques (ozonation, oxydation...), qui s'avèrent sources secondaires de pollution et trop onéreuses (Henze, 2001). A titre illustratif, l'oxydation par l'hypochlorite génère des résidus chlorés nocifs sur la santé humaine, par effet d'accumulation. Et, les méthodes physiques les plus récentes comme l'oxydation anodique et l'electroxydation nécessitent des moyens techniques comme des haut-voltages, trop coûteux.

Il est alors nécessaire de trouver des méthodes palliatives qui résolvent de façon simultanée les problèmes liés à la dégradation de l'environnement et des eaux. La biomasse issue des déchets agroforestiers pourrait répondre valablement à cette préoccupation. C'est dans ce sens que plusieurs travaux ont montré les capacités d'adsorption de colorants industriels et des métaux lourds de l'eau par des résidus de noix de coco, de bois, de tiges de tournesol, de canne à sucre...(Crini *et al.* 2006).

Dans cette étude, nous avons évalué le potentiel de fixation du bleu de méthylène par les coques de *Lophira lanceolata*, récoltées au Bénin. Dans un premier temps, une caractérisation pariétale (taux d'extractibles, de lignines, de celluloses, de monosaccharides, d'hémicelluloses, etc.) a été faite. Ensuite, les effets de la masse de biosorbants, de pH et de la température ont été évalués puis les cinétiques d'adsorption à différentes concentrations de colorants, tracées. Enfin, les modèles de Freundlich et de Langmuir ont été explorés pour mieux expliquer le mécanisme d'adsorption de cette biomasse.

Matériels et méthodes

Les coques de *Lophira lanceolata* ont été séparées manuellement, triées puis broyées avec un appareil de type Grindomix Restch. Elles sont ensuite tamisées en série et les broyats de maille située entre 1 et 2mm ont été retenus pour nos essais. Le colorant utilisé est le bleu de méthylène. La stabilité du bleu de méthylène à température et pH constants avaient déjà été étudiée (Agane et Guiza, 2000). Les essais d'adsorption du bleu de méthylène (BM) ont été réalisés dans un réacteur adiabatique, en agitation continue (175rpm) par mise en contact d'une masse m de coques de *Lophira l.* avec une solution aqueuse de BM de concentration Co.

Après un temps d'agitation donné, les échantillons sont prélevés puis filtrés sur seringues à filtre de 0,45µm. Les filtrats sont dosés par spectrophotomètre UV-visible.

Résultats

Caractérisation pariétale

Les coques de *Lophira l.* sont riches en celluloses α ($61,19 \pm 4,25\%$ MS) et en lignines ($32,13 \pm 0,99\%$ MS). Les propriétés adsorbantes de ces composants de la biomasse avaient précédemment déjà été investiguées (Santawee *et al.* 2018).

Effets de l'adsorbant, de la température et du pH

Les fig. 1 et 2 présentent respectivement l'effet de la masse du biosorbant ainsi que celui du pH sur la fixation du colorant.

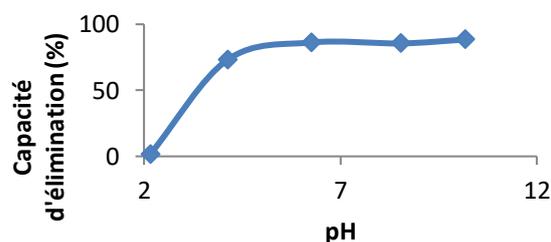
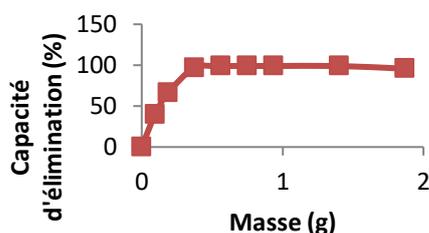


Fig. 1: Effet de la masse de coques broyées de *Lophira* sur l'élimination du bleu de méthylène (100ppm) à 25°C après 1200mn de contact

Fig. 2: Effet du pH sur l'adsorption du bleu de méthylène (à 100ppm) par des coques broyées de *Lophira* à 25°C, après 180mn de contact

Il existe une corrélation positive entre la masse de l'adsorbant et l'élimination du bleu de méthylène (Fig. 1) pour les valeurs pondérales situées entre 0,1-0,5g. Au-delà d'une certaine masse (1,4g), le taux de rétention diminue légèrement indiquant probablement, la présence d'un autre type d'interaction entre colorant et coques de *Lophira*. Nous avons donc retenu une masse d'adsorbant égale à 1g pour les essais suivants.

On observe que l'adsorption augmente avec l'élévation du pH entre 2 et 5 (fig. 2). Cela est dû au fait que l'augmentation du pH favorise l'augmentation des charges négatives à la surface du biosorbant, par déprotonation des groupes fonctionnels des biopolymères. Ce qui renforce les forces électrostatiques entre la surface des coques et le bleu de méthylène, colorant cationique (Kapoor *et al.* 1999 ; Schiewer S. et Volesky, 1995). Dès que le pH du milieu est supérieur à la valeur 6, l'adsorption se stabilise à une valeur maximale de 86,25%. Des considérations similaires ont déjà été faites quoique l'effet du pH sur l'adsorption des colorants soit assez complexe et dépendent du matériau ainsi que du procédé utilisé (Senthilkumar *et al.*, 2005). Nous avons réalisé la cinétique d'adsorption à $5 < \text{pH} < 10$ afin d'éviter l'effet de celui-ci.

Effet de la température

On note que la capacité d'adsorption du bleu de méthylène diminue avec l'augmentation de la température (fig. 3). Ce phénomène, en accord avec la loi d'Arrhenius, laisse supposer que la réaction de surface est exothermique et que chaque augmentation de la température défavorise son déroulement. Toutefois, d'autres phénomènes plus complexes peuvent expliquer l'adsorption du bleu de méthylène. Il serait donc judicieux de calculer les énergies d'activation (ΔE), d'enthalpie libre (ΔH_0) et d'entropie du système. Nous avons poursuivi nos essais à la température de 25°C.

Cinétique d'adsorption

En partant des courbes tracées (fig. 4), on peut retenir que le temps d'équilibre est de 120mn. Ces derniers dépendent habituellement de la matière première utilisée et du colorant (Ncibi *et al.* 2007).

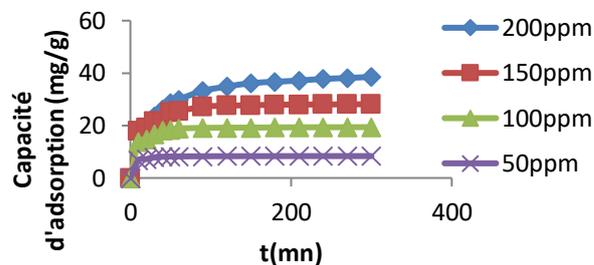
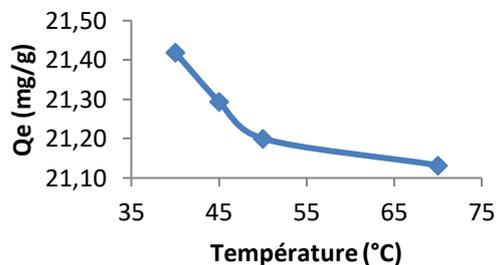


Fig. 3: Effet de la température sur l'élimination du bleu de méthylène (100ppm) par les coques de *Lophira lanceolata*

Fig. 4: Courbes de cinétiques d'adsorption du bleu de méthylène à différentes concentrations de coques broyées de *Lophira* à 25°C, 175rpm, pH=5,52

De même, l'adsorption du bleu de méthylène par les coques broyées dépend de sa concentration en solution aqueuse.

Modélisation

Dans le but d'approcher la dynamique d'adsorption, certains auteurs adoptent différents modèles. En partant des résultats expérimentaux nous avons choisis d'explorer les modèles de Lagergreen de cinétique d'adsorption d'ordre pseudo 1^{er} puis celle d'ordre pseudo 2nd (Ho, et Mckay, 1999; Srivastava *et al.* 2006).

Tableau 23 : Constantes de vitesse et modèles cinétiques possibles d'adsorption des coques de <i>Lophira</i>					
C(ppm)	Equations	r ²	K (min ⁻¹)	Qeth (mg/g)	Qexp (mg/g)
Réaction pseudo 1er ordre de Lagergren					
200	y = -0,0293x + 3,2556	0,984	0,07	25,94	36,16
150	y = -0,0425x + 2,9373	0,984	0,10	18,86	27,56
100	y = -0,0074x - 0,2087	0,983	0,017	0,81	19,18
w50	y = -0,0481x + 0,5711	0,960	0,11	1,77	8,31
25	y = -0,0535x - 0,3981	0,995	0,12	0,67	4,1
Réaction pseudo 2nd ordre [K' (g/mg.min)]					
200	y = 0,0241x + 0,5405	0,999	0,0011	40,08	36,16
150	y = 0,0338x + 0,3175	0,999	0,0036	28,29	27,56
100	y = 0,0337x + 15,42	0,595	7,365E-05	19,48	19,18
50	y = 0,0084x + 7,3872	0,505	9,5517E-06	8,36	8,31
25	y = 0,2416x + 0,2829	1	0,2063	4,11	4,1

Nous pouvons dire que l'adsorption du bleu de méthylène par les coques suit un modèle cinétique de type pseudo 2nd ordre. Ce qui suggère que la sorption du bleu de méthylène apparaît comme étant contrôlée par les processus chimiques qui impliquent les forces de valence ou les

échanges d'électrons avec le biosorbant. De même, Les tracés des modèles de diffusion externe à différentes concentrations révèlent que l'adsorption du BM à différentes concentrations suit une dynamique de type pseudo second ordre et s'effectue par diffusion intraparticulaire sur les coques. Les isothermes d'adsorption (modèles Langmuir et de freundlich) ont été empruntés pour mieux comprendre le phénomène d'adsorption du BM sur les coques de *Lophira l.* Il s'avère que le modèle de Langmuir explique mieux ces processus. En perspectives, nos études poursuivent la pyrolyse des coques et leur activation ; les caractéristiques physicochimiques (surface, porosité, groupes fonctionnels surfaciques, etc.) et l'évaluation comparée de leur capacité d'adsorption de colorants vis-à-vis d'adsorbants industriels.

Remerciements

Les auteurs voudraient adresser leurs vibrantes reconnaissances au Professeur Emerite Guy Furdin pour la facilitation des échanges de recherche entre les laboratoires du Bénin et de la France.

Références

- Agane M., Guiza M. (2000) Elimination d'un colorant des effluents de l'industrie textile par adsorption, *Ann. Chim. Sci. Mat*, 25, 615-626.
- Crini G. (2006) Non-conventional low-cost adsorbents for dye removal, *Bioresources and Technology*, 97 (9),1061-1085.
- Gamoudi S., Srasra, E. (2019) Adsorption of organic dyes by HDPy⁺-modified clay: Effect of molecular structure on the adsorption, *Journal of Molecular Structure*, 1193, 522-531.
- Henze M., (2001) *Wastewater treatment-Biological and chemical processes*, ed, Springer.
- Ho, Y.S., G. Mckay. (1999) Pseudo-second order model for sorption processes. *Proc. Biochem.*, 34, 451-465
- Kapoor A., Viraraghavan T., Cullimore D.R. (1999), Removal of heavy metals using the fungus *Aspergillus niger*, *Bioresource Technology*, 70, 1, 95–104.
- Ncibi M.C., Mahjoub B., Seffen M. (2007) Kinetic and equilibrium studies of methylene blue biosorption by *Posidonia oceanica* (L.) fibres, *J. Hazard. Mater. B* 139, 280–285.
- Santawee N., Treesubsuntorn C., Thiravetyan P. (2018) Lignin and holocellulose from coir pith involved in trimethylamine (fishy odor) adsorption, *Journal of Environmental Sciences*, <https://doi.org/10.1016/j.jes.2018.10.009>
- Schiewer S., Volesky B. (1995) Modelling of proton-metal ion exchange in biosorption. *Environmental Science and Technology* 29, 12, 3049–3058.
- Senthilkumaar, S., Varadarajan, P.R., Porkodi, K., Subbhuraam, C.V. (2005) Adsorption of methylene blue onto jute fiber carbon: kinetics and equilibrium studies, *J. Colloid Interf. Sci.* 284, 78–82.
- Srivastava V.C., Swamy M.M., Malli D., Prasad B., and MISHRA I.M. (2006) Adsorptive removal of phenol by bagasse fly ash and activated carbon: Equilibrium, kinetics and thermodynamics. *Colloids Surfaces A: Physicochem. Eng. Asp.*, 272, 89-104.

E04 : Rupture en Mode Mixte du Lova Trichilioides (Bibolo) par la Méthode M-Thêta en Flexion

KOUFOUET Hervicé¹, MABEKOU TAKAM Jeanne Sandrine¹, MOUTOU PITTI

Rostand³, MUKAM FOTSING Joseph. Albert², TALLA Pierre Kisito¹

¹UR_2MSP, Université de Dschang, Cameroun

²Ecole Normale Supérieure, Université de Yaoundé I, Cameroun

³Université Clermont Auvergne, CNRS, SIGMA Clermont - Institut Pascal, F-63000 Clermont-Ferrand, France

[email : kouefoueth@yahoo.fr](mailto:kouefoueth@yahoo.fr)

Mots clefs : Bois ; Éprouvette SENB ; Flexion ; Méthode M-thêta ; Mode mixte

Introduction

Se trouver un abri a de tout temps constitué une préoccupation pour les hommes et particulièrement l'homme résidant dans les pays sous-développés tel que le Cameroun. Ce pays dont les forêts comptent parmi les plus riches d'Afrique Centrale possède un potentiel forestier estimé à plus de 1,5 milliard de m³ et plus de 300 essences de bois. Le bois contribue à plus de 1,5% au PIB du Cameroun. Malheureusement ces nombreuses essences ne sont pas mécaniquement caractérisées ; ce qui entraîne une sous-utilisation et une pression sur les arbres sur pieds. Les bois spécifiques qui devraient être exploités parcimonieusement, sont au final utilisés de façon sous dimensionnés ou surdimensionnée en structure. De plus la nature bio du matériau le rend tributaire d'un certain nombre de paramètres comme (la température, l'humidité, la rupture sélective, le module d'Young, ...) (Phan et al., 2013). La présence des fissures ne met pas forcément en cause la pérennité des ouvrages et il faut cependant s'assurer que ces fissures ne se développent pas au point d'engendrer une instabilité structurelle. Ainsi, l'étude du comportement à la fissuration du matériau bois est essentielle afin d'améliorer les règles et les outils de dimensionnement (Takarli et al., 2010 ; Benabou et Sun., 2013). Il devient nécessaire d'assurer une étude des propriétés du bois pour une utilisation optimale ; c'est pour cela que nous avons opté de travailler sur la rupture car l'étude de la fissuration d'un matériau préfigure l'intervalle d'utilisation du matériau pour éviter sa rupture précoce et brutale comme élément d'une structure. De ce fait, ce travail s'inspire et découle des perspectives de Kouefouet et al, 2019 sur l'étude des modes de fissuration du bois en flexion dont les modes I et II ont été étudiés.

Matériel et méthode

Champs de contrainte, de déplacement et facteur d'intensité de contrainte

La méthode directe ou locale, dont une présentation synthétique est l'objectif de ce paragraphe, consiste à résoudre directement les équations fondamentales de la M.M.C (Mécanique des milieux continus) compte tenu de la discontinuité géométrique du solide. Pour les problèmes en état plan, les composantes du déplacement en fonction des facteurs d'intensité de contraintes se donnent de la façon suivante :

$$\begin{cases} u = 2 \cdot K_I(\sigma) \sqrt{\frac{r}{2\pi}} \cdot \Re e \left[\frac{1}{\alpha_1 - \alpha_2} (\alpha_1 P_2 \sqrt{\rho_2} - \alpha_2 P_1 \sqrt{\rho_1}) \right] + 2 \cdot K_{II}(\sigma) \sqrt{\frac{r}{2\pi}} \cdot \Re e \left[\frac{1}{\alpha_1 - \alpha_2} (P_2 \sqrt{\rho_2} - P_1 \sqrt{\rho_1}) \right] \\ v = 2 \cdot K_I(\sigma) \sqrt{\frac{r}{2\pi}} \cdot \Re e \left[\frac{1}{\alpha_1 - \alpha_2} (\alpha_1 q_2 \sqrt{\rho_2} - \alpha_2 q_1 \sqrt{\rho_1}) \right] + 2 \cdot K_{II}(\sigma) \sqrt{\frac{r}{2\pi}} \cdot \Re e \left[\frac{1}{\alpha_1 - \alpha_2} (q_2 \sqrt{\rho_2} - q_1 \sqrt{\rho_1}) \right] \end{cases} \quad (1)$$

avec $\rho_j = \cos(\theta) + i\alpha_j \sin(\theta)$, $j = \{1, 2\}$. $\Re e[]$: représente la partie réelle de l'expression entre les crochets. La notion de facteurs d'intensité d'ouverture de la fissure K_n^ε a été introduite pour les modes d'ouverture et de cisaillement plan par Dubois et al cité par (Moutou, 2008 ; Meite, 2012).

$$\begin{cases} u = K_{II}^\varepsilon(\sigma) \sqrt{\frac{r}{2\pi}}, \\ v = K_I^\varepsilon(\sigma) \sqrt{\frac{r}{2\pi}}, \end{cases} \quad (2)$$

La formulation (2) est indirectement employée dans les approches par éléments finis pour calculer les facteurs d'intensité de contrainte via les relations (1) dans des formulations en déplacement.

La méthode M-thêta en propagation

Contrairement à l'intégrale J de Rice, l'intégrale $M\theta$ est définie sur un contour surfacique contenant la pointe de fissure (Moutou, 2008, Meite, 2012). Pour des problèmes plans, cette intégrale se définit comme suite :

$$M\theta = \frac{1}{2} \oint \left[(\sigma_{ij}^u \cdot v_{i,k} - \sigma_{ij,k}^v \cdot u_i) \theta_{k,j} \right] ds \quad (3)$$

Le champ auxiliaire v_i est cinématiquement admissible ; son expression est donnée par les champs asymptotiques définis dans l'équation (1) pour des milieux orthotropes.

Description de l'essence et géométrie de l'éprouvette

D'un aspect brun gris à brun jaunâtre, le *Bibolo* dispose d'un aubier bien différencié gris à jaune clair d'une épaisseur de trois à sept centimètres. C'est un bois généralement droit et bien conformé atteignant une hauteur de vingt-cinq mètre pour 1,5m de diamètre. Encore appelé *Dibetou* ou *Noyer d'Afrique*, il appartient à la famille des *Méliacées* ayant pour nom scientifique *Lovoa Trichilioides*, *Lovea Klaineana*. Le *Bibolo* est présent en Afrique particulièrement en Côte d'Ivoire, Gabon et au Cameroun ; il fait partir des essences les plus exploitées dans le pays. C'est un bois tendre et léger à utilisation variable. (CTFC, 2011). De nombreux types d'éprouvettes furent essayés durant les années 1960 avant que ne soient définies des éprouvettes normalisées. La nécessité de normalisation des éprouvettes provient de la variation du facteur d'intensité de contrainte en mode I avec l'épaisseur de celles-ci. Ainsi, l'éprouvette SENB est utilisé et adapté ici au modèle de rupture de la flexion trois points. L'équation (4) définit les caractéristiques de l'éprouvette en question.

$$E_L = 10460 \text{ MPa}, E_R = 1287 \text{ MPa}, G_{LR} = 795 \text{ MPa}, \nu_{RL} = 0,4, D = 530 \text{ Kg/m}^3 \quad (4)$$

Organigramme d'obtention des paramètres de rupture

Cette partie présente l'organigramme numérique implanté dans le code aux éléments finis Castem. Dans cet organigramme, la procédure calculant les champs de déplacements et les contraintes virtuels est programmée, et la méthode de séparation des modes de rupture est proposée (Fig. 1). La procédure $M\theta$ permet de calculer ici les différents facteurs d'intensité de contrainte donné par l'équation (2).

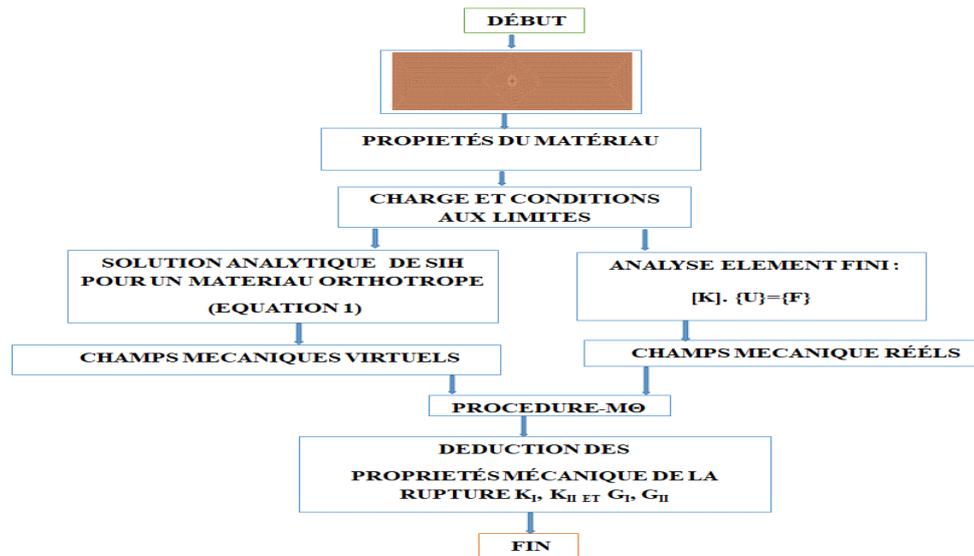


Fig. 1 : Algorithme de simulation numérique.

Résultats et discussion

L'indépendance du domaine d'intégration est vérifiée en représentant les différentes variations du taux de restitution d'énergie en fonction de chaque couronne illustrant la taille du champ θ . La Fig. 2 montrent les différentes évolutions des taux de restitution d'énergie G_I (mode I) et G_{II} (mode II) en fonction de l'orientation μ du chargement et des différentes couronnes d'intégration, et ce, pour une charge d'amplitude unitaire.

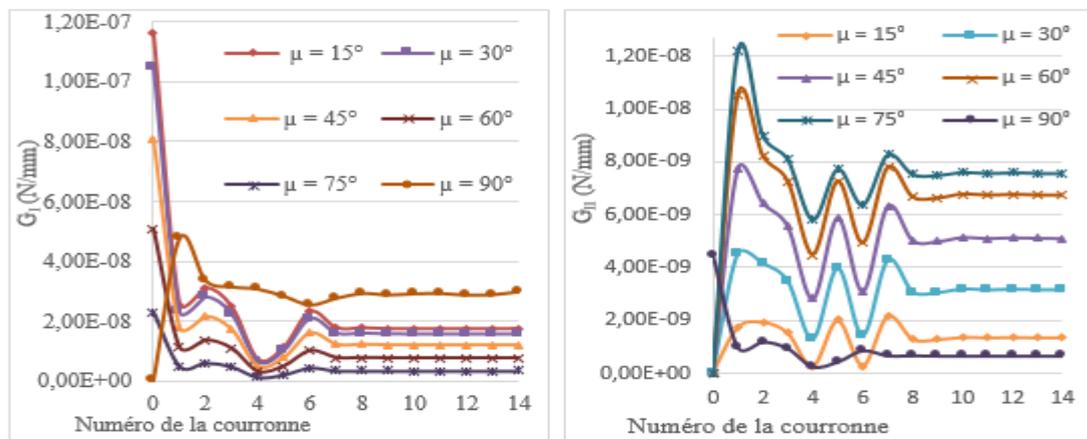


Fig. 2 : Indépendance du contour d'intégration de G_I et G_{II} en fonction de l'angle μ .

On y remarque une constance du taux de restitution d'énergie en fonction des couronnes en modes mixtes (respectivement part du mode I et part du mode II). Ces observations valident l'indépendance du domaine d'intégration et la stabilité des résultats assurés par le modèle. Toutefois, la singularité des champs mécaniques en pointe de fissure cause une perturbation du domaine d'intégration autour du front de fissure. Dans la suite, la couronne numéro huit (08) a été utilisée pour générer les facteurs d'intensités de contraintes en mode mixte.

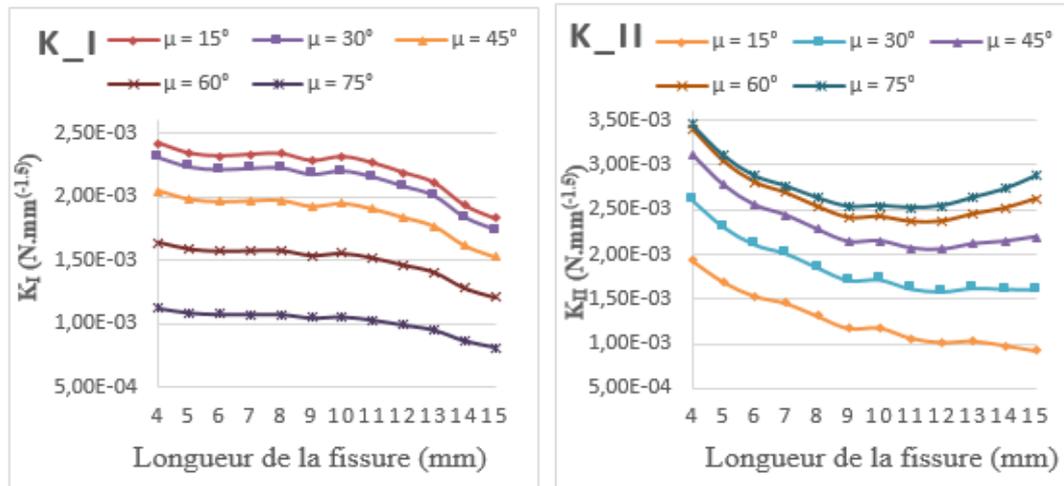


Fig. 3 : Facteur d'intensité de contraintes en fonction de la longueur de fissure.

La Fig. 3 présentent les différentes évolutions du facteur d'intensité de contraintes en fonction de la longueur de fissure, mais pour différents taux de mixité μ ($\mu = 15^\circ, 30^\circ, 45^\circ, 60^\circ$ et 75°), respectivement en mode I et en mode II. La capacité du modèle à séparer les modes de rupture est clairement prouvée par l'observation des valeurs différentes de K_I et K_{II} en fonction du taux de mixité. Nous remarquons aussi une décroissance rapide et totale du facteur d'intensité de contrainte en fonction de l'évolution de la fissure. Ceci pourrai validés les résultats présentés par Kouefouet et al, 2019 sur le mode I et II indépendamment.

Conclusion et perspective

Dans ce travail, nous avons présenté la fissuration en mode mixte du Lovoa Trichilioides pour différent taux de mixité en flexion. Il ressort une indépendance du contour d'intégration, une décroissance du facteur d'intensité de contraintes et la possibilité de séparation des modes de rupture. Afin de validés complètement ces résultats, il devient nécessaire de faire une étude plus réaliste en laboratoire. D'où dans les futurs travaux, il sera urgent de regarder la partie expérimentale du travail pour confirmer ces résultats.

Références

- Benabou L., SUN Z., (2013) Approche continue de la rupture du bois en grands déplacements, 21^{ème} Congrès Français de Mécanique Bordeaux, 26 au 30 août, 6p.
- CTFC., (2011) Forêts et Bois des Communes Forestières du Cameroun.
- Kouefouet H., Mabekou J., Mukam J., Talla P. and Moutou R., (2019) A M-theta Method on Mode I and II Failure of Two Cameroonian Hardwoods in Bending. European Journal of Engineering Research and Science, vol. 4, no 3, pp. 176-182.
- Meite M., (2012) Caractérisation des paramètres de fissuration par un couplage corrélation d'images et éléments finis, Thèse de Doctorat, Université de Limoges, France, 220p.
- Moutou P. R., (2008) Découplage des modes mixtes de rupture dans les matériaux viscoélastiques orthotropes : modélisation et expérimentation, Thèse de Doctorat, Université de Limoges, France, 162p.
- Phan N. A., Chaplain M., Morel S., (2013) Influence de l'hygrométrie du bois sur sa fissuration et son taux de restitution d'énergie : détermination du temps à rupture, 31^{èmes} Rencontres de l'AUGC, E.N.S. Cachan, 29 – 31, 10p.
- Takarli M., Diakhaté M., Angellier N., Dubois F., (2010) Étude du Comportement à la Fissuration du Bois par Emission Acoustique : Approche Énergétique et Localisation, XXVIII^e Rencontres Universitaires de Génie Civil. La Bourboule, 2 - 4 juin, 10p.

E05 : Analyse comparée de la flexion des poutres sandwichs : approche homogénéisée et éléments finis

Achille PAGUI Déblème¹, TALLA Pierre Kisito¹, FOUJNET AMOS¹, FOADIENG Emmanuel³, FOGUE Médard²

¹ UR-2MSP, Université de Dschang, Cameroun

² LISIE, Université de Dschang, Cameroun

³ HTTTC, Kumba, University of Buea, Cameroon

achillepagui@yahoo.fr

Mots clés : matériau sandwich ; poutre orthotrope ; bois ; flexion ; homogénéisation, MEF.

1. Contexte et Objectif

Les sandwichs sont des matériaux composites multicouches qui sont constitués de deux peaux minces, matériaux composites ou métalliques, séparés par un cœur d'une grande épaisseur et de faible densité. Particularité qui donne au matériau sandwich une résistance et une rigidité spécifique pour une faible densité (Abdeddaim et Tati, 2013). Ces qualités et d'autres sont la raison pour laquelle les structures sandwich reçoivent une attention considérable. En effet, elles sont largement utilisées dans divers domaines l'aérospatial, le bâtiment, la menuiserie, le sport etc.... Les recherches concernant le comportement des structures sandwich a débuté juste après la deuxième guerre mondiale et s'est intensifié dès 1990 spécialement après le développement des modèles d'ordre supérieur (Kant and Patil, 1991), capable de mieux modéliser la variation des contraintes de cisaillement à travers l'épaisseur des plaques et des poutres sandwich.

Dans de nombreux pays en voie de développement, et en particulier au Cameroun, la production des matériaux et surtout des matériaux composites destinés à la construction des bâtiments nécessite beaucoup d'énergie et engendre la pollution sous plusieurs aspects, les revenus d'une grande partie de la population ne leur permettent de construire que des logements bon marché (CIFORD 2013 ; Isabelle et al. 2003 ; FAO 2005). Iroko, Ayous et Moabi sont des espèces disponibles en abondance, peu onéreuses, et faciles à régénérer. Elle est par conséquent très sollicitée par la population locale pour la construction de l'habitat en bois. Le Cameroun possède de vastes réserves de cette espèce qui toutefois demeurent à l'état sauvage et ne sont pas suffisamment exploitées (CIFORD 2013, Isabelle et al. 2003 ; FAO 2005).

2. Matériel et méthodes

Le développement et les changements rapides des produits, des pratiques technologiques et industrielles sont accompagnés par de nouvelles générations de matériaux. Ces derniers impactent notre quotidien, notre vie, conformément à l'utilisation qui en est faite ; concevoir et caractériser de façon optimale des matériaux innovants intégrant les problématiques et défis actuels, se trouve être d'une nécessité majeure. Dans la région de l'ouest du Cameroun, plus précisément dans le département de la Menoua où nous avons extrait nos échantillons, ces espèces sont largement utilisées dans l'ameublement et la construction en bois pour des éléments soumis à des charges de flexion, compression et traction. Le mode d'usinage des éprouvettes de flexion 4-points répond aux exigences des normes NF B 51-008 (Anonyme, 1987a) et NF B 51-016 (Anonyme, 1987b). Hors mis le fait que les éprouvettes n'aient pas été essayées à l'humidité de référence prévue (12 %), les conditions générales d'essais répondent aux exigences de la norme française NF B 51-003 (Anonyme, 1985a).

3. Résultats et discussion

De ces essences, deux types de matériaux sandwichs symétriques à âmes identiques constituées d'Ayous, et de semelles faites d'Iroko, de Moabi respectivement, ont été conçus par collage. Les caractérisations physique et mécanique de ces essences et des prototypes de sandwich sur le modèle des poutres, ont été rapprochées à celles obtenues par des approches analytiques, par la méthode des éléments finis (MEF) et par la loi des mélanges qui est une technique d'homogénéisation.

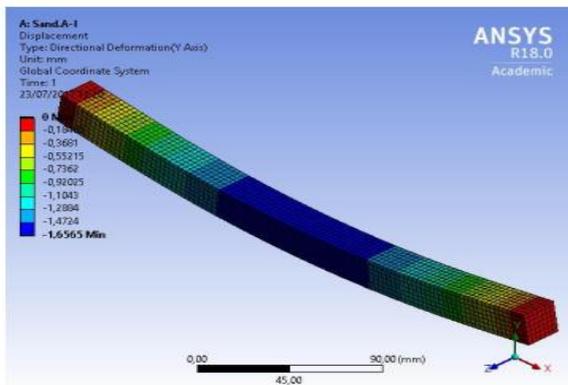


Fig. 1. Déplacement en flexion de la poutre sandwich Iroko-Ayous-Iroko

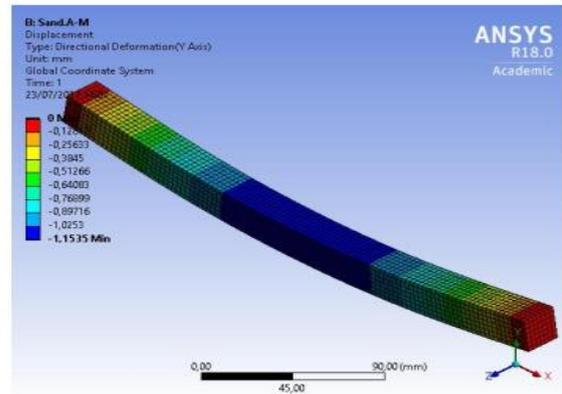


Fig. 2. Déplacement en flexion de la poutre sandwich Moabi-Ayous- Moabi

On observe précisément que les quatre approches convergentes pour des valeurs faibles de chargement de l'ordre de 20 kg ; au-delà, l'approche homogénéisée décolle très significativement et seules celles analytique et par éléments finis sont une excellente approximation du comportement en flexion du sandwich Iroko-Ayous-Iroko et Moabi-Ayous-Moabi. La MEF et l'approche analytique tendent toutefois à surévaluer le MOE en flexion parallèle notamment, tout en restant dans des proportions acceptables.

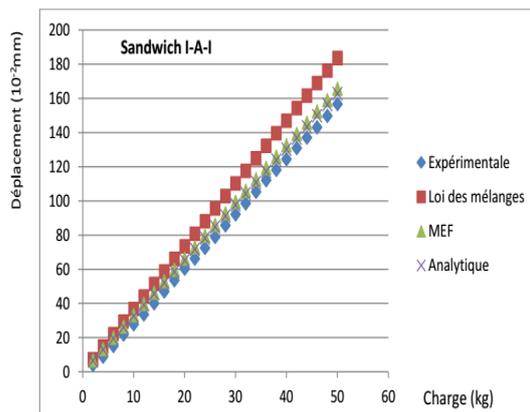


Fig. 3. Comparaison de la flexion d'une poutre sandwich Iroko-Ayous-Iroko

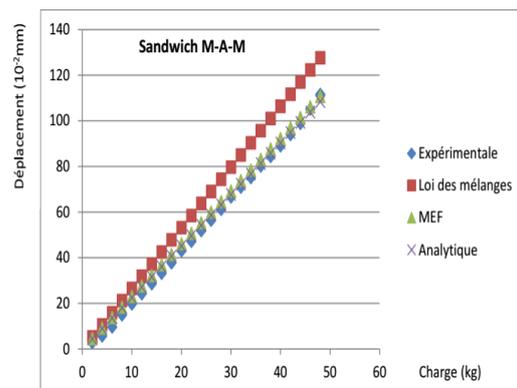


Fig. 4. Comparaison de la flexion d'une poutre sandwich Moabi-Ayous-Moabi

Tab. 1: récapitulatif des MOE obtenus par les trois approches.

MOE longitudinal (MPa)		Type de sandwich	
		Iroko-Ayous-Iroko	Moabi-Ayous- Moabi
Expérimental		10372,00	14735,0
Loi des mélanges		9400,68	12990,56
MEF		10432,39	14948,57
Analytique		10599,71	15297,36
Ecart (MPa) approche expérimental	Loi des mélanges	971,32	1744,52
	MEF	60,38	213,48
	Analytique	227,71	562,27

L'objectif de cette étude fut celui de contribuer à adopter une approche judicieuse d'analyse du comportement mécanique des poutres orthotropes sollicitées en flexion. Pour ce faire, nous avons préalablement procédé à la présentation des généralités sur les poutres orthotropes et le matériau bois, et par suite jeté notre dévolu sur quatre essences de bois qui se recensent au fort potentiel forestier du Cameroun, l'Ayous, l'Iroko, le Moabi et le Sapelli. Il ressort de cette étude que les approches, analytique et par la MEF permettent de mimer au mieux le comportement mécanique des poutres sandwich conçues. En outre, l'on a par ailleurs établi que les matériaux sandwichs conçus sont performants relativement à l'acier et peuvent servir dans des applications variées telles que le génie civil, le transport du fait de leurs atouts multiples ; Leurs performances mécaniques sont modulables et à âmes identiques, elles sont fortement tributaires de celles des semelles constitutives du matériau et augmentent avec celles-ci.

4. Conclusion et perspectives

Ces matériaux sandwichs ont des indices de performance très proches de celui d'un acier de 210 GPa de MOE et 7865 kg.m⁻³ de masse volumique, qui est de 26,70 ; ils pourraient donc être utilisés pour des applications exigeant rigidité et légèreté, atouts qu'ont précisément ces derniers. Ils sont de plus, du fait de la disponibilité et de la variabilité du matériau de base qu'est le bois au Cameroun, d'un coût global relativement faible.

L'usage des sandwichs se répand davantage dans l'industrie du bâtiment et ce sont leurs excellentes caractéristiques d'isolation thermique et acoustique qui sont prisées pour une utilisation en guise de cloison entre autres. Cet engouement nous inspire donc des perspectives nouvelles d'investigation pour renflouer notre base de données : l'analyse comparée de la flexion des poutres sandwichs du à l'influence de la variation d'humidité, approche homogénéisée, méthode asymptotique et éléments finis ; La contribution du liant (la colle) sur les propriétés mécaniques des sandwichs conçus et les cisaillements d'interfaces.

5. Références

- AFNOR (1987), Bois : Essai de flexion statique, B 51-008. pp176-180.
- AFNOR (1987), Bois : Flexion statique, NF B 51-016. Décembre. pp. 202-207.
- Anonyme (1985a). Norme française NF B 51-003. Bois-Conditions générales d'essais. Essais physiques et mécaniques. Paris : Association française de normalisation, 4 p.
- Anonyme (1987a). Norme française NF B 51-008. Bois-Essai deflexion statique. Détermination de la résistance à la flexion statique de petites éprouvettes sans défaut. Paris : Association française de normalisation, 5 p.
- Anonyme (1987b). Norme française NF B 51-016. Bois-flexion statique. Détermination du module d'élasticité en flexion statique de petites éprouvettes sans défaut. Paris : Association française de normalisation, 6 p.
- CIFORD (2003), étude de l'importance économique et social du secteur forestier et faunique au Cameroun, rapport final 277 p.

FAO (2005), situation des forêts du monde, Rome, 153 p

Kant, T., and Patil, H. S (1991) Journal of Reinforced Plastics and Composites Vol. 10, 102–109

M. Abdeddaim et A.Tati, (2013) Flexion des poutres sandwichs par la méthode des éléments finis, 10p.

E06 : Effet d'échelle et résistance mécanique des bois d'œuvre du Bassin du Congo : Cas de l'Okan

NYOBE Charly Julien¹, OUM LISSOUCK René^{1,2}

¹Laboratoire de Mécanique et Matériaux, ENSP de Yaoundé I, Cameroun

²IUT Bois de Mbalmayo, Cameroun

Charly_nyobe@yahoo.fr

Mots clés : Effet d'échelle ; Loi de Weibull ; Approche déterministe ; Approche probabiliste

Contexte et objectifs

Le massif forestier du Bassin du Congo est un écosystème complexe déséquilibré par le prélèvement intensif d'un très petit nombre d'essences de bois sur des centaines disponibles. Cette situation pose un certain nombre de problèmes à l'instar de la raréfaction et la disparition à terme de certaines essences ligneuses. La première solution d'ingénierie développée par le LMM est le regroupement mécanique de 19 essences de bois d'œuvre destiné à la construction des charpentes. Cette solution semble technologiquement limitée lorsqu'on envisage son extension aux produits d'ingénierie du bois beaucoup plus performants à l'exemple du lamellé collé.

L'objectif global de ce résumé concerne l'élaboration et la validation d'un outil de prédiction des propriétés mécaniques (MOE et MOR) des pièces de bois en grandeur d'emploi à partir des mêmes grandeurs déterminées sur des éprouvettes miniaturisées de fibres identiques. L'hypothèse des faibles défauts des éprouvettes de bois est retenue.

Matériel et méthodes

Choix de l'essence de bois

L'Okan est l'essence de bois qui a été retenue pour les essais car utilisés pour : parquet, charpente, travaux hydrauliques, construction navale, ponts, traverse chemin de fer, tournerie, sculpture, fond de véhicule ou de conteneur... (CIRAD, 2008). Six types d'éprouvettes ont été extraits par bastaing (type I : 22 x 150 x 2400 mm³; type II : 22 x 73 x 2400 ; type III : 22 x 73 x 1200 ; type IV : 22 x 35 x 1200 ; type V : 22 x 35 x 600)

Théorie statistique de Weibull

Cette théorie est basée sur l'hypothèse du maillon le plus faible : il suffit qu'un seul maillon de la chaîne casse pour que l'ensemble de la chaîne casse. Weibull définit la fonction de répartition $F_u(\sigma)$ des résistances d'un volume élémentaire sous la forme :

$$F_u(\sigma) = 1 - \exp(-\varphi(\sigma)) \quad (1)$$

Si on considère deux éprouvettes de volumes différents V_1 et V_2 , le rapport des résistances pour toute valeur de probabilité est donné par :

$$\left(\frac{(\sigma_q)_1}{(\sigma_q)_2}\right) = \left(\frac{V_2}{V_1}\right)^{1/k} \quad (2)$$

Stratégie expérimentale

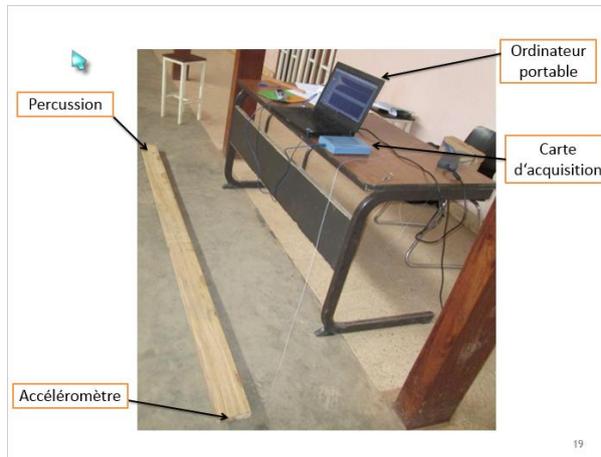


Fig. 1 : Essai vibratoire



Fig. 2 : Essai statique quatre points

Connaissant la fréquence f de vibration et son rang associé n , on évalue la valeur du module d'élasticité E_X par la formule :

$$E_X = 4 L^2 \rho \frac{f_n}{n^2} \quad (3)$$

Les résultats expérimentaux sont obtenus à partir de calculs de RDM classique sur la théorie des poutres par les formules suivantes :

$$\sigma_R = \frac{3aF_{\max}}{bh^2} \quad (4)$$

Résultats et discussion

Quantification Et Prévision Déterministe

Il s'agit de quantifier l'influence du volume des éprouvettes sur les propriétés mécaniques (MOR, MOE_{vib}). Cette approche est basée sur le profil des valeurs moyennes des propriétés étudiées

Le MOE et le MOR des éprouvettes des petites dimensions sont supérieurs à ceux des grandes dimensions tout simplement parce qu'il existe l'influence de certains défauts matériels apte à réduire la valeur des résistances à la rupture (nœuds, inclinaison des fils...) (Délisée, 1987). Les petites éprouvettes sont exemptes de singularités et de défauts tandis que, les éprouvettes en grandeur d'emploi présentent des défauts au fur et à mesure que l'échantillon prend du volume. C'est ce qui explique que les MOE et MOR des petites éprouvettes sont supérieurs à ceux des grandes éprouvettes entraînant par conséquent la théorie selon laquelle plus le volume du bois est grand plus la propriété mécanique diminue (Délisée, 1987 ; Warren, 1974 ; Mukam et al, 2005 ; Foudjet et al, 1982 ; Leicester et Breitinger, 1991)

Quantification et Prévision Probabiliste

Elle nous permet d'étudier l'évolution du fractile à 5% de la résistance mécanique des éprouvettes en fonction du volume. Les résultats obtenus sur des éprouvettes, permettent de tracer les courbes des distributions cumulées théoriques et expérimentales des fonctions de répartition de la contrainte de rupture

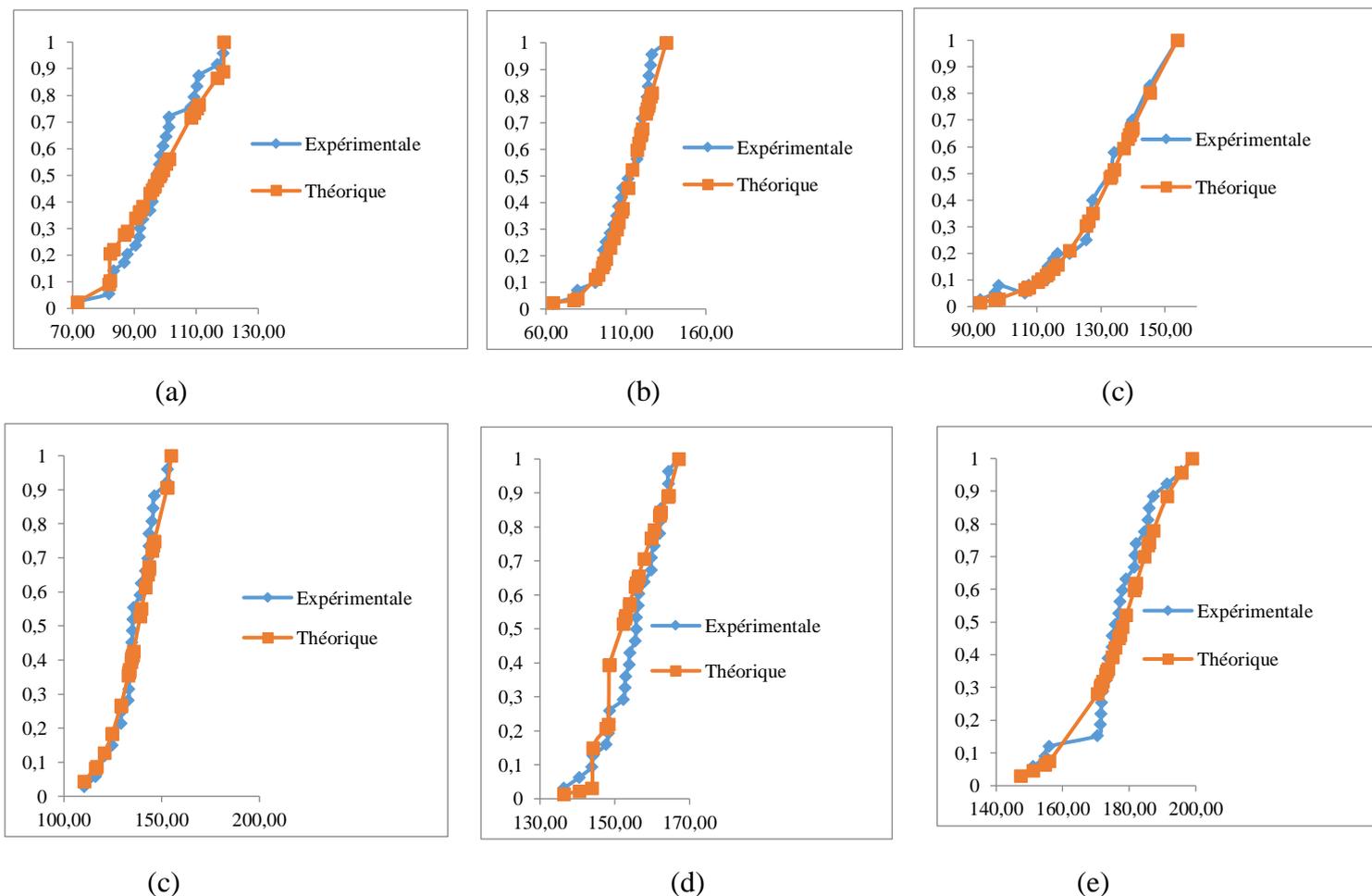


Fig. 5 : Distributions cumulées expérimentales et théoriques des contraintes à la rupture des échantillons de type I(a), type II(b), type III(c), type IV(d), type V(e), type VI(f)

Le fractile à 5% du MOR (respectivement le fractile à 5% du MOE) des éprouvettes de petites dimension est supérieurs à celui des grandes. Plus le volume de l'éprouvette (ou de la pièce) sollicité est grand, plus il est probable de rencontrer un défaut pouvant initier une rupture fragile (Délisée, 1987). C'est ce qui explique que les fractiles à 5% des paramètres mécaniques des petites éprouvettes sont supérieurs aux fractiles à 5% des grandes éprouvettes entraînant ainsi une décroissance de la courbe. La courbe obtenue est d'allure presque identique aux courbes obtenues par (Leicester et Breiting, 1991)

Détermination du paramètre de forme ou module de WEIBULL k'

A partir de l'ensemble des réponses mesurées, nous avons calculé la probabilité de rupture des éprouvettes à 5% à différents niveaux de chargement. Nous avons également déterminé la contrainte de rupture correspondant à chaque essai, et écrit le critère de Weibull sur l'ensemble des contraintes de rupture obtenues, afin d'en identifier les paramètres. Il en découle que le paramètre de forme de weibull prend la valeur $k = 4,1$ avec un coefficient de corrélation de 0,99

Conclusion et perspectives

Nos essais expérimentaux nous ont conduits à des propriétés mécaniques établies sur des éprouvettes de section variable, qui nous ont permis d'établir des corrélations entre les paramètres mécaniques et les volumes. Cela nous a mené ultérieurement à essayer de mesurer l'effet d'échelle et il apparaît ainsi que la valeur du module de Weibull $k=4,10$ peut être retenue.

Dans la perspective de rendre notre mémoire meilleur, il serait judicieux de densifier l'échantillonnage de faire varier l'épaisseur des échantillons de déterminer le paramètre de Weibull par approche probabiliste et comparer ce dernier avec celui calculé.

Références

Bordonné PA (1989) Module dynamique et frottement intérieur dans le bois, mesures sur poutres flottantes en vibrations naturelles, Thèse, Institut National Polytechnique de Lorraine

Brancheriau L (2002) Expertise mécanique des sciages par analyses des vibrations dans le domaine acoustique, Université de la méditerranée - Aix Marseille II, Ecole Supérieure de Mécanique de Marseille, Thèse de doctorat

Christine Délisée(1987) Variabilité des propriétés mécaniques du pin maritime-Effet d'échelle. Thèse de Doctorat, Spécialité Génie Civil, Université Bordeaux I

Leicester R.H.; Breitinger H.O; (1991) A discrete relationship with Weibull, International Timber Engineering Conference, London, UK.

Mvogo Jean Kisito(2008) Regroupement mécanique par méthode vibratoire des bois du bassin du Congo. Thèse de Doctorat, Spécialité Génie Civil et Bois, Université de Yaoundé I et Université de Bordeaux.

Mukam Fotsing and A. Foudjet; (1992) Statistical model of strength of Cameroonian hardwoods in tension; C. R. Acad. Sci. (French Academy of Science) Paris 315 (série II), 427–431

Weibull W. (1951) A statistical distribution function of wide applicability, Journal of Applied Mechanics, 293-296

Weibull W.(1939) A statistical theory of the strength of materials; Proc. Royal Swedish academy of Eng. Sci., vol. 151, pp. 1-45