Amélioration de l'imprégnabilité aux solutions aqueuses des duramens des résineux : le cas du Douglas (Pseudotsuga Menziesii Franco)

Mohamed Tahar Elaieb

▶ **To cite this version:**

Mohamed Tahar Elaieb. Amélioration de l'imprégnabilité aux solutions aqueuses des duramens des résineux : le cas du Douglas (Pseudotsuga Menziesii Franco). Autre. Université de Lorraine, 2014. Français. NNT : 2014LORR0210 . tel-01751207

HAL Id: tel-01751207

https://hal.univ-lorraine.fr/tel-01751207

Submitted on 29 Mar 2018

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

AVERTISSEMENT

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

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

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

Contact : ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr

LIENS

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 122. 4
Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 335.2- L 335.10
http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg_droi.php
http://www.culture.gouv.fr/culture/infos-pratiques/droits/protection.htm

THESE

POUR OBTENIR LE GRADE DE

DOCTEUR
DE L'UNIVERSITE DE LORRAINE

ECOLE DOCTORALE SCIENCES ET INGENIERIE RESSOURCES PROCEDES PRODUITS ENVIRONNEMENT

SPECIALITE : SCIENCES DU BOIS ET DES FIBRES

Soutenue publiquement le 19 décembre 2014

Par

Mohamed Tahar ELAIEB

Amélioration de l'imprégnabilité aux solutions aqueuses des duramens des résineux: Le cas du Douglas (*Pseudotsuga Menziesii Franco*)

Directeur de thèse : Mathieu PETRISSANS
Co-directeur de thèse : Rémy MARCHAL

Jury :

Rapporteurs :

DIRION Jean-Louis	HDR, Chargé de Recherche, Ecole des Mines d'Albi
DUVAUT Thierry	Professeur, Université de Reims Champagne Ardenne

Examinateurs :

COLLET Robert	Maître de Conférences, ENSAM de Cluny
MARCHAL Rémy	Directeur de recherche, CIRAD
MARROT Benoît	Professeur, Université Aix Marseille
PETRISSANS Mathieu	Professeur, Université de Lorraine
PETRISSANS Anélie	Maître de Conférences, Université de Lorraine

Remerciements

Mes premiers mots de reconnaissance vont vers mon directeur de thèse, Monsieur Mathieu PETRISSANS, qui je remercie de m'avoir accueilli au sein du LERMAB, et d'avoir mis à ma disposition tous les moyens nécessaires à l'aboutissement heureux de ce travail. Au delà de son encadrement scientifique que j'ai eu la chance d'apprécier, il a toujours été à l'écoute des joies mais aussi des angoisses ou des états d'âme de son thésard. Je n'oublierai pas ces qualités humaines qui ont grandement contribué au plaisir que j'ai eu à réaliser ce travail. Je le remercie d'avoir cru en moi et de m'avoir toujours réservé le meilleur accueil malgré ses occupations multiples. Un grand merci à mon Co-directeur de thèse, Monsieur Rémy Marchal qui m'a marqué avec sa modestie et qui a su m'apporter un soutien scientifique et humain sans réserve. Je tiens aussi à exprimer ma profonde gratitude à Madame Anélie PETRISSANS qui a co-encadrée ce travail, je la remercie sur la confiance qu'elle m'a accordée et ses encouragements et soutien qui ont permis la réalisation de cette thèse. Elle été à tout moment disposée à aider de son mieux.

Les membres du jury de thèse messieurs Dirion, Duvaut, Collet et Marrot qui ont été d'un grand apport pour l'examen de cette thèse... j'ai apprécié ses questions et critiques. Qu'ils trouvent ici l'expression de mes remerciements les plus sincères.

Je voudrais également remercier les membres de l'équipe bois du LaBoMaP pour qui j'ai une réelle sympathie, en particulier messieurs : Jean-Claude BUTAUD, Fabrice COTTIN, Jean-Louis LIMARD et Mickael KREBS. Je les remercie d'avoir été toujours disponibles, impliqués et surtout patients avec moi.

Je ne manque pas à remercier Valérie legué et Frederic Guinet du Laboratoire ScBiol, pour leur accueil et la mise à notre disponibilité le CLSM.

Mes remerciements vont aussi à madame Anne Sophie Nowak, grâce à qui j'ai pu passer des moments de difficultés sans problèmes. Ma reconnaissance aussi à l'ensemble du personnel du LERMAB, un grand merci au Directeur Philippe Gerardin, Stéphane, Marie Christine Tribolot, Françoise Huber, Nicolas, Corinne, Manue. Quant à mes collègues thésards: Kevin, Gérémie, Joël, François, Mounir, Simon : sachez que vous n´êtes pas oubliés et vous avez tous contribué aux heureux années qui viennent de s'écouler.

Je veux remercier mes collègues à l'INRGREF de Tunis pour leur soutien et plus particulièrement Monsieur M.N. REJEB pour son soutien et ses encouragements.

Cette liste n'a pas la prétention d'être exhaustive et j'espère que ceux qui n'y retrouvent pas leur nom ne m'en tiendront pas rigueur. Sachez que vous n'êtes pas oubliés et que vous avez tous contribué à l'excellent souvenir que je garderai.

Enfin, je tiens à rendre hommage à Khadija, ma femme, qui a supporté mon absence et qui m'a aidée énormément. A celle à qui j'ai égoïstement saboté pas mal de week-end et autres vacances, je défends cependant à quiconque d'aller lui raconter qu'après la thèse…. c'est bien pire !

Mes enfants : Yasmine, Yazid et Mayssa. Trois champignons qui ont pu résister pendant ces années en regardant leur papa souvent partir avec une valise en direction de l'aéroport de Tunis vers la France.

Mon beau père Hamda, sa femme Rokaya, mes belles sœurs et mon beau frère, qu'ils trouvent ici l'expression de ma gratitude pour leur aide et soutien

À mes parents,

À mes soeurs et frères,

Que ce mémoire soit le témoignage de toute ma reconnaissance et ma gratitude

Sommaire

LISTE DES FIGURES **9**

LISTE DES TABLEAUX **14**

INTRODUCTION **15**

CHAPITRE I: ETAT DE L'ART **18**

I.1. Le Douglas **18**
I.1.1. Le Douglas en France 18
I.1.2. La récolte des grumes 19
I.1.3. Qualité du Douglas 20
I.1.4. Propriétés physiques du bois de Douglas 23
I.1.5. Caractéristiques mécaniques 24
I.1.6. Comportements écologiques et sylviculture 24
I.1.7. Anatomie et plan ligneux du bois 24
I.1.7.1. Le cas des résineux 28
I.1.7.2. Le cas du Douglas 29
I.1.7.3. Les ponctuations des parois cellulaires des résineux/Douglas 33
I.1.7.4. Observation expérimentale des torus 42

I.2. Déroulage et étuvage du bois **44**
I.2.1. Généralité sur le Déroulage du bois 44
I.2.2. Problèmes liés au déroulage du Douglas 46
I.2.3. Les procédés d'étuvage du bois avant déroulage 50
I.2.4. Les modes de propagation de la chaleur dans le bois durant l'étuvage 51

I.3. Les enjeux de l'imprégnabilité et de la perméabilité du bois : importance et application **53**
I.3.1. Perméabilité et imprégnabilité 53
I.3.2. Importance de l'imprégnabilité dans certains traitement du bois 54
I.3.3. Les techniques d'imprégnation 55
I.3.3.1. Imprégnation par trempage 55
I.3.3.2. Imprégnation par procédé boucherie 56
I.3.3.3. Imprégnation par autoclave 56

I.4. Mécanismes de transport de l'eau dans le bois **57**
I.4.1. Humidité du bois 58
I.4.2. Différences de potentiels 63
I.4.3. Porosité 64
I.4.4. Loi de Darcy 65

I.5. Facteurs influençant l'imprégnabilité du bois **66**
I.5.1. Nature du bois dans l'arbre 66
I.5.1.1. Aubier, duramen et duraminisation 66
I.5.1.2. Bois *initial et bois final* 68
I.5.2 Direction d'écoulement de la sève 69

I.5.2.1 Ecoulement axial ... 70
I.5.2.2 Ecoulement latéral ... 71
I.5.2.3 État de la surface du bois ... 71
I.5.2.4 Nature du fluide ... 72
I.5.2.5 Humidité du bois ... 72

I.6. Techniques pour l'amélioration de l'imprégnation ... 72
I.6.1 L'autoclavage ... 73
I.6.2 Les ultrasons ... 74
I.6.3 Les bactéries ... 76
I.6.4 Les champignons ... 77
I.6.5 Les Infrarouges ... 78
I.6.6 Les micro-ondes ... 79
I.6.7 Autres techniques ... 80
I.6.7.1 Technique de séchage par échange des solvants ... 80
I.6.7.2 Modification chimique ... 81
I.6.7.3 *Technique de trempage* ... 81

I.7. Conclusion et Stratégie des essais ... 82

CHAPITRE II : ETUDE DE L'IMPRÉGNABILITÉ NATURELLE DU DOUGLAS - BOIS VERT ... 87

II.1. Introduction ... 87

II.2. Caractérisation de la non-imprégnabilité de Douglas vert ... 88
II.2.1 Matériels et méthodes ... 88
II.2.1.1 Préparation des échantillons ... 88
II.2.1.2 Méthode ... 91
II.2.2 Résultats et discussions ... 92
II.2.2.1 Humidité globale ... 92
II.2.2.2 Humidité axiale ... 95
II.2.3 Conclusion ... 97

II.3. Analyse chimique ... 97
II.3.1 Matériels et méthodes ... 98
II.3.1.1 Méthodes ... 99
II.3.1.1.1 Extraction ... 99
II.3.1.1.2 Détermination du taux d'holocellulose ... 100
II.3.1.1.3 Détermination du taux de lignine de Klason ... 100
II.3.1.1.4 Chromatographie gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (GC - MS) ... 101
II.3.2. Résultats ... 101
II.3.2.1. Détermination du taux d'extrait dans l'aubier et le duramen de Douglas ... 101
II.3.2.2. Détermination du taux d'holocellulose dans l'aubier et le duramen du Douglas ... 102
II.3.2.3. Détermination du taux de la lignine de Klason (TLK), aubier et duramen du Douglas ... 103
II.3.2.4. Analyse par GCMS ... 104
II.3.3. Conclusion ... 106

II.4. Etude anatomique de l'aubier et de duramen ... 107
II.4.1 Matériels et méthodes ... 107
II.4.1.1 Préparation des échantillons ... 107

II.4.1.2. Observation au Microscopie électronique à balayage environnemental 107
II.4.2. Résultats 108
II.4.2.1. Observation des ponctuations dans la zone d'aubier 113
II.4.2.2. Observation des ponctuations dans le duramen 115
II.4.3. Conclusion 116

II.5. Conclusion du chapitre II 117

CHAPITRE IIICHAPITRE III: ESSAIS DE TREMPAGE –IMPRÉGNATION 118

CHAPITRE III: ESSAIS DE TREMPAGE –IMPRÉGNATION 119

III.1. Introduction 119

III.2. Echantillonnage et préparation des échantillons 119
III.2.1. Echantillonnage 119
III.2.2. Caractérisation et préparation des échantillons 123
III.2.3. Profils d'humidité de l'arbre échantillonné 124

III.3. Cinétique de prise d'eau à l'échelle d'un billon de duramen 126

III.4. Trempage dans l'eau simple des échantillons de duramen de petite taille 128

III.5. Trempage dans l'eau simple des échantillons de duramen de petite taille par cycle chaud-froid 128

III.6. Trempage dans l'eau modifiée par addition de tensio-actifs d'échantillons de duramen de petite taille 129
III.6.1. Mesure de mouillabilité sur le bois 129
III.6.2. Matériels et méthodes 130
III.6.2.1. Mesure de la mouillabilité 130
III.6.2.2. Echantillonnage 132
III.6.3. Tension superficielle et tensio-actifs 133
III.6.4. Procédure de trempage dans le l'eau modifiée par ajout de tensio-actifs 134

III.7. Trempage dans de l'eau simple des échantillons de duramen de petite taille, utilisation des ultrasons 135

III.8. Trempage dans de l'eau simple des échantillons de duramen de petite taille préalablement séchés 136
III.8.1. Matériels et méthodes 137
III.8.2. Calcul de la vitesse d'imprégnation 138

III.9. Résultats et discussions 138
III.9.1. Profil d'humidité de l'arbre coupé, analyse des cartographies 138
III.9.2. Cinétique de prise d'eau de l'arbre sélectionné 142
III.9.3. Essais de trempage 144
III.9.3.1. Trempage simple dans l'eau chaude 144
III.9.3.2. Procédure de chaud/froid 147
III.9.3.3. Utilisation des tensio-actifs 148
III.9.3.3.1. Résultats relatifs aux angles de contact 149
III.9.3.3.2. Résultats relatifs aux tensio-actif 150

III.9.3.4. Utilisation des ultrasons 154

III.10. Imprégnation par trempage des bois préalablement séchés..... 156

III.11. Conclusion du chapitre III 159

CHAPITRE IV : COMPRÉHENSION DE L'AMÉLIORATION DE L'IMPRÉGNABILITÉ PAR SÉCHAGE 162

IV.1. Introduction..... 162

IV.2. Etude de l'influence de l'humidité du bois sur son imprégnabilité 163
IV.2.1. Matériels et méthodes..... 163
IV.2.1.1. Echantillonnage et préparation des éprouvettes 164
IV.2.1.2. Méthodes 166
IV.2.1.3. Mesure de la vitesse d'imprégnation..... 168

IV.3. Etude de l'état des ponctuations aréolées chez le Douglas par Microscopie Confocale à Balayage Laser (CLSM)..... 169
IV.3.1 Matériel et méthode..... 169
IV.3.1.1. Préparation des échantillons..... 169
IV.3.1.2. Observations par Microscopie Confocale à Balayage Laser (CLSM) 171

IV.4. Analyse par Thermo-Désorption, Chromatographie gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (TD - GC - MS)..... 172

IV.5. Résultats et discussions..... 173
IV.5.1 Cinétique de la reprise d'eau longitudinale sur du bois de Douglas en fonction de l'humidité initiale du matériau 174
IV.5.1.1 Caractérisation de l'imprégnabilité axiale..... 174
IV.5.1.2. Importance de l'imprégnabilité transversale 180
IV.5.1.2.1. Cinétique de la reprise d'eau du duramen de Douglas en fonction de la direction d'imprégnation..... 180
IV.5.1.2.2. Comparaison de l'imprégnabilité radiale et tangentielle..... 183
IV.5.2. Observation par Microscopie Confocale à Balayage Laser (CLSM) 185
IV.5.3. Analyse par thermo-désorption, chromatographie gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (TD - GC - MS) 192

IV.6. Conclusion du chapitre IV 193

CHAPITRE V : TRANSPOSITION DES TRAITEMENTS À L'ÉCHELLE INDUSTRIELLE..... 196

V.1. Introduction..... 196

V.2. Matériels et méthodes 196
V.2.1. Préparation des échantillons..... 196
V.2.2. Méthodes..... 198
V.2.2.1. Expériences de reprise d'eau..... 198
V.2.2.2. Méthodes d'analyse de la reprise d'eau 200

V.3. Profil d'humidité à la fin du cycle d'imprégnation 201
V.3.1. Profil d'humidité sur rondelle 202
V.3.2. Profil d'humidité sur billon par tomographie à rayons X 202
V.3.2.1. Description du matériel 203
V.3.2.1.1. Généralités 203
V.3.2.1.2. Caractéristiques techniques du scanner à rayons X 206
V.3.2.2. Outils d'analyse 208
V.3.2.3. Echantillons 208

V.4. Déroulage semi – industriel 210
V.4.1. Bouillotage 211
V.4.2. Caractéristiques de la dérouleuse utilisée 211
V.4.3. Paramètres de déroulage 211
V.4.4. Mesure des efforts 212
V.4.5. Caractérisation des placages 216

V.5. Résultats et discussions 216
V.5.1. Cinétique d'imprégnation des billons 216
V.5.2. Mesure de l'imprégnation 219
V.5.3. Analyse des cartographies d'humidité du duramen 221
V.5.3.1. Analyse des cartographies d'humidités par la méthode de la double pesée 221
IV.5.3.2. Analyse des cartographies d'humidités par Rayon X (Scanner tomographique) 224
IV.5.4. Efforts de coupe et qualité des placages obtenus 231

V.6. Conclusion du chapitre V 234

CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES 236

BIBLIOGRAPHIE 240

ANNEXES 255

Liste des figures

Chapitre I

Figure I 1. *Forêt de Douglas ou pin d'Oregon* 18
Figure I 2 . *Prévision de l'évolution de la ressource en Douglas en Bourgogne* 19
Figure I 3. *Production forestière nationale de bois d'œuvre* 20
Figure I 4. *Bois de Douglas ou Pin d'Oregon* 21
Figure I 5. *Volume sur pied du Douglas par région forestière nationale* 22
Figure I 6.*Différentes échelles d'observation du matériau bois* 26
Figure I 7.*Structure générale d'un tronc* 27
Figure I 8. *Eléments anatomiques des résineux. TR :* 28
Figure I 9. *Coupe transversale d'un Douglas montrant le bois initial* 29
Figure I 10. *Trachéides sans méats, Douglas* 30
Figure I 11. *Epaississement spiralé, Douglas* 30
Figure I 12. *Rayons ligneux (RL) unisériés, Douglas* 31
Figure I 13. *Rayons ligneux en coupe radiale longitudinale, Douglas* 31
Figure I 14. *Ponctuations des trachéides en coupe radiale, Douglas* 32
Figure I 15. *Détail d'une ponctuation simple de type picoide, résineux/Douglas* 32
Figure I 16. *Canaux résinifères, Douglas* 33
Figure I 17. *Ponctuation aréolées d'un Douglas en coupe transversale* 34
Figure I 18. *Les différents types de ponctuations, résineux/Douglas* 35
Figure I 19. *Dimensions d'une ponctuation aréolée, résineux/Douglas* 36
Figure I 20. *Détail d'une ponctuation aréolée, résineux/Douglas* 37
Figure I 21. *Ponctuations aréolées non aspirées (a) et aspirées (b)* 38
Figure I 22. *Ponctuation aréolée montrant le torus et la membrane obturante* 39
Figure I 23. *Ponctuation aréolée* 39
Figure I 24. *Champ de croisement* 40
Figure I 25. *Réseau de trachéides et ponctuation aréolée des gymnospermes* 41
Figure I 26. *Fractures des ponctuations de bois de conifères provoquées par pré compression dans le sens radial observées par microscope électronique par balayage.* 43
Figure I 27. *Images d'embolisme de ponctuation aréolée dans les troncs,* 43
Figure I 28. *Profils d'aspiration des ponctuations de Cryptomeria Japonica* 44
Figure I 29. *Procédé de découpe d'une feuille de bois* 44
Figure I 30. *Dérouleuse de bois :* 46
Figure I 31. *Coupe transversale d'un bois résineux* 48
Figure I 32. *Ponctuations sur plan radial longitudinal, résineux/Douglas* 49
Figure I 33. *Ponctuations des trachéides, résineux/Douglas* 50
Figure I 34 : *Traitement du bois par trempage* 56
Figure I 35 . *Traitement par boucherie* 56
Figure I 36. *Imprégnation par autoclave* 57
Figure I 37.*Exemple d'isothermes de sorption* 60

Figure I 38. *Effet de rayon de courbure du ménisque sur la valeur de la pression capillaire* 61
Figure I 39. Cavité des trachéides 61
Figure I 40 . *Chemins de déplacement de déplacement de l'eau dans le bois* 62
Figure I 41. *Canal résinifère en coupe transversale dans le bois de printemps (BI) d'un Douglas* 63
Figure I 42. *Modèle de capillaire tortueux* 65
Figure I 43. *Coupe transversale d'un tronc de Douglas montrant la zone de transition* 67
Figure I 44 *Cerne annuel chez le Douglas (BI + BF)* 68

Chapitre II

Figure II 1. *Répartition par région des spécimens de Douglas imprgénable, semi imprgénable et non imprgénable* 88
Figure II 2. *Coupe sur quartier de notre planche radiale* 90
Figure II 3. *Planches radiales d'un Douglas fraichement abattu.* 90
Figure II 4. *Résultants de la découpe :* 91
Figure II 5. *Immersion d'échantillons dans l'eau* 92
Figure II 6. *Evolution de l'humidité absolue du Douglas en fonction du temps après immersion dans l'eau* 94
Figure II 7. *Evolution de l'humidité axiale dans l'échantillon de duramen de 2 x 2 x 2 cm^3* 96
Figure II 8 . *Evolution de l'humidité axiale dans l'échantillon de duramen de 4 x 2 x 2 cm^3* 96
Figure II 9. *Evolution de l'humidité axiale dans l'échantillon de duramen de 8 x 2 x 2 cm^3* 97
Figure II 10. *Pourcentage d'extractibles natureles apolaire et polaire contenus dans le Douglas, aubier et duramen. Extraction au dichloromethane (Dich) et Toluène – Ethanol puis Acétone (T.E.A). : Aubier Duramen* 102
Figure II 11. *Pourcentage d'holocellulose dans l'aubier et le duramen du Douglas* 102
Figure II 12. *Pourcentage lignine dans l'aubier et le duramen du Douglas* 103
Figure II 13. *Spectre GC-MS : a) Extrait aubier (T/E), b) Extrait duramen (T/E), c)* 104
Figure II 14. *Evolution de l'humidité dans de échantillons de duramen de Douglas de 2 x 2 x 4 cm^3* 106
Figure II 15. *Microscope Electronique à Balayage environnemental TM 3000* 108
Figure II 16. *Coupe transversale d'un Douglas* 109
Figure II 17. *Coupes transversales : (a) Trachéides du bois initial, (b) trachéides du bois final* 109
Figure II 21. *Coupes tangentielle longitudinale :* 112
Figure II 22. *Coupes radiales d'un Douglas :* 113
Figure II 23. (a) et (b) *Coupes radiales montrant des ponctuations aréolées majoritairement ouvertes* 114
Figure II 24. *Coupes radiales : (a) Ponctuations aréolées dans le BF (b) Ponctuations* 115
Figure II 25. *Coupes radiales : (a) et (b) Ponctuation aréolée dans le duramen du Douglas* 115

Chapitre III

Figure III 1 : *Prélèvement de l'arbre. Coupe de l'arbre en billons de 50 cm* 120
Figure III 2.: *(1) Ecorçage, (2) débitage et (3) marquage des billons* 120
Figure III 3: *Schéma illustrant le débitage de l'arbre en billons de 50 cm* 122
Figure III 4 : *Eprouvette de 2 ×2 × 12 cm*^{3} 123
Figure III 5 : *Illustration des étapes expérimentales* 124
Figure III 6 : *Cartographie d'humidité à une hauteur moyenne dans l'arbre* 125
Figure III 7 : *Exemple de cartographie d'humidité établie sur une rondelle* 126
Figure III 8: *(a) Billon (b) dérouleuse (c) Etuve d'eau à température régulée* 127
Figure III 9: *Billon immergé à 50°C maintenu sous l'eau à l'aide d'une barre métallique* 127
Figure III 10: *Plaquette de bois, méthode de Wilhelmy* 130
Figure III 11: *Evolution de la force résultante en fonction de la profondeur d'immersion*. 132
Figure III 12: *Obtention de la Concentration Micellaire Critique* 134
Figure III 13: *(a) Générateur et sonde à ultrasons, (b)* 136
Figure III 14: *Cartographie d'humidité d'une rondelle de Douglas prélevée à 2 m du sol* 139
Figure III 15: *Evolution de l'humidité dans trois Douglas Autrichien* 141
Figure III 16: *Evolution de l'humidité dans un Douglas Allemand* 141
Figure III 17: *Evolution de l'humidité dans trois Douglas Nord Américain* 142
Figure III 18: *Cinétique de la reprise d'eau dans un billon frais de duramen de Douglas* 143
Figure III 19: *Humidité à après 5 h de trempage simple dans l'eau à différentes températures* 146
Figure III 20: *Humidité après 22 h de trempage simple dans l'eau à différentes températures* 146
Figure III 21: *Evolution de l'humidité par traitement chaud – froid à 50°C* 148
Figure III 22: *Humidité après 5 h de trempage dans la mélange eau/tensioactif et à différentes températures* 153
Figure III 23: *Humidité après 22 h de trempage dans la mélange eau/tensioactif et à différentes températures* 154
Figure III 24: *Evolution de l'humidité après traitement aux Ultrasons de 22 h* 156
Figure III 25: *Reprise d'eau du duramen de Douglas pour différents modes* 158
Figure III 26: *Reprise d'eau du duramen de Douglas pour différents modes* 158
Figure III 27: *Reprise d'eau du duramen de Douglas pour différents modes* 159

Chapitre IV

Figure IV 1 : *Les trois directions d'anisotropie du bois (RLT)* 164
Figure IV 2: *Schéma du découpage des planches radiales à partir du billon* 165
Figure IV 3: *Baguettes sciées à partir des planches radiales* 165
Figure IV 4: *Eprouvettes jumelles de même section et de longueurs différentes* 166
Figure IV 5: *Eprouvettes après application de la résine* 167
Figure IV 6: *Four conductif sous vide* 168
Figure IV 7: *Microtome à glissière utilisée* 170
Figure IV 8: *Coupes microtomiques de 50 microns* 170
Figure IV 9: *Dispositif du CLSM (Confocal Laser Scanning Microscopy)* 171
Figure IV 10 : *Cinétique d'imprégnation longitudinale* 174
Figure IV 11: *Cinétique d'imprégnation longitudinale* 175

Figure IV 12: *Cinétique d'imprégnation longitudinale*..... 176
Figure IV 13: *Vitesse d'imprégnation longitudinale*..... 178
Figure IV 14: *Vitesse d'imprégnation longitudinale*..... 178
Figure IV 15: *Vitesse d'imprégnation longitudinale*..... 179
Figure IV 16 : *Evolution de l'humidité en fonction de la longueur de l'échantillon* 181
Figure IV 17 *: Humidité atteinte pour 120 heures d'immersion*..... 181
Figure IV 18*: Humidité atteinte pour 120 heures d'immersion*..... 182
Figure IV 19: *Humidité atteinte pour 120 heures d'immersion* 182
Figure IV 20 : *Cinétique d'imprégnation transversale* 184
Figure IV 21 : *Vitesse d'imprégnation en fonction de la direction d'écoulement*..... 185
Figure IV 22: *Coupe transversale d'un bois de duramen sec de Douglas*..... 186
Figure IV 23 : *Coupe transversale d'un bois de duramen de Douglas*..... 187
Figure IV 24 : *Coupe transversale d'un bois de duramen de Douglas*..... 187
Figure IV 25 : *Coupe transversale d'un bois de duramen de Douglas*..... 188
Figure IV 26 : *Images CLSM des coupes transversales de l'aubier et duramen de Douglas.*..... 188
Figure IV 27: *Aubier témoin vert* 189
Figure IV 28: *Aubier séché à 103°C* 189
Figure IV 29: *(a) Duramen vert (b) Duramen séché à 103°C* 189
Figure IV 30: *Coupe transversale d'un bois de duramen de Douglas*..... 190
Figure IV 31: *Coupe transversale d'un bois de duramen de Douglas*..... 191
Figure IV 32: *Coupe radiale d'un bois de duramen de Douglas* 191
Figure IV 33: *Coupe transversale d'un bois de duramen de Douglas*..... 192
Figure IV 34: *Spectre GC-MS d'extraits au dichlorométhane: (a) duramen, (b) aubier.*..... 193

Chapitre V

Figure V 1: *Tronc de l'arbre de Douglas utilisé pour l'étude.* 197
Figure V 2 : *(1) Billon de 50 cm de longueur avant déroulage. (2) Déroulage jusqu'à 20 cm de diamètre de tous les billons. (3) Billons après déroulage purgé de l'aubier.* 197
Figure V 3: *(1) et (2) Séchage thermique dans un séchoir ventilé (3) Immersion des billons dans des bacs d'eau* 199
Figure V 4 : *Balance OHAUS de 250 kg de portée maximale et de 10 g de précision* 200
Figure V 5 : *Prélèvement des rondelles à partir du billon après passage au scanner RX*..... 201
Figure V 6: *Schéma de fonctionnement du scanner* 202
Figure V 7: *Les deux types de sectorisation mis en œuvre à partir des images tomographiques* 206
Figure V 8 : *Etapes de passage des échantillons de bois dans le scanner. Photos de 1 à 3 :*..... 209
Figure V 9: *Billon de Duramen de Douglas divisé virtuellement en 5 divisions* 210
Figure V. 10 *Dérouleuse utilisée "SEM Automation S500".* 214
Figure V. 11 : *Exemple de courbe de variation des efforts enregistrés pour un billon témoin*..... 214
Figure V. 12*: Forces de déroulage, H et V* 215
Figure V 13 : *Géométrie du déroulage et angles caractéristiques*..... 215
Figure V. 14 : *Géométrie du déroulage et paramètres à régler*..... 216
Figure V 15: *Adsorption d'humidité par immersion entre 0 et 10 semaines par rapport à la masse verte.*..... 218
Figure V 16 *: Absorption d'humidité par immersion entre 0 et 21 jours (Document C.T.B.A.)* 219

Figure V 17 : *Vitesse moyenne d'imprégnation des billons* 220
Figure V 18 : *Cinétique de gain de masse moyen par rapport à la masse sèche :* 221
Figure V 19 : *Cartographies d'humidités établies sur les 3 disques du billon séché* 222
Figure V 20: *Cartographies d'humidités établies sur les 3 disques du billon témoin T* 222
Figure V 21: *Cartographies d'humidités établies sur les 3 disques du billon témoin mariné M* 222
Figure V 22: *Cartographies d'humidités établies sur les 3 disques du billon séché naturellement SN* 222
Figure V 23: *Cartes de densité avant (a) et après traitement (b)* 225
Figure V 24: *Variation radiale et verticale de la densité du bois mesurée au scanner* 226
Figure V 25 : *Répartition radiale de l'eau absorbée par le billon témoin (T)* 227
Figure V 26: *Répartition radiale de l'eau absorbée par le billon mariné dans l'eau stagnante* 227
Figure V 27: *Répartition radiale de l'eau absorbée par le billon séché naturellement (SN)* 228
Figure V 28: *Répartition radiale de l'eau absorbée par le billon séché thermiquement (ST)* 228
Figure V 29 : *Répartition radiale de l'eau absorbée par le billon témoin (T)* 229
Figure V 30 : *Répartition radiale de l'eau absorbée par le billon mariné dans l'eau stagnante* 229
Figure V 31 : *Répartition radiale de l'eau absorbée par le billon séché naturellement (SN)* 230
Figure V 32 : *Répartition radiale de l'eau absorbée par le billon séché thermiquement (ST)* 230
Figure V. 34: *Courbe de variation des efforts de coupe du billon séché naturellement et marinée dans l'eau renouvelée* 233
Figure V. 35 : *Courbe de variation des efforts de coupe du billon mariné pendant 4 mois dans l'eau stagnante* 233
Figure V. 36 : *Courbe de variation des efforts de coupe du billon témoin vert non mariné* 234

Liste des tableaux

Chapitre 1

Tableau I. 1. Les principales utilisations des sciages de Douglas français en 2010 (Clair, 2010. Le Douglas un arbre exceptionnel. p. 284) 23
Tableau I. 2. Imprégnabilité du Douglas 54

Chapitre 3

Tableau III 1: Humidité du bois de Douglas dans la bibliographie 140
Tableau III .2 Moyenne de l'humidité le long de l'éprouvette par trempage 145
Tableau III .3 Moyenne de l'humidité le long de l'éprouvette par la procédure chaud/froid 147
Tableau III .4 : contact du bois de douglas 149
Tableau III .5 Mesures de tensions superficielles avec le TRITON SP-135 151
Tableau III .6 : Mesures de tensions superficielles avec le BRIJ 30 151
Tableau III .7: Moyenne de l'humidité après traitement par les tensioactifs 153
Tableau III .8: Moyenne de l'humidité après application des ultrasons 155

Chapitre 4

Tableau IV 1: Vitesses moyennes d'imprégnabilité à l'eau en fonction de la longueur d'échantillon et de leur humidité résiduelle 177

Chapitre 5

Tableau V1 : Tableau récapitulatif des différents traitements effectués sur les billons 198
Tableau V2: Différents paramètres réglables et leurs valeurs extrêmes pour le mode axial et hélicoïdale 207
Tableau V3 : Récapitulatif des taux des humidités moyennes, %. 223
Tableau V4: Récapitulatif sur le nombre d'échantillons par type d'expérience 231
Tableau V5 : Résultat des vitesses 235

INTRODUCTION

Le Douglas sera la première essence résineuse en France dans les 10 ans à venir, avec des volumes commercialisables de l'ordre de 3 millions de $m^3.an^{-1}$ (trois fois plus que la récolte actuelle). Ce bois originaire d'Amérique du Nord a été introduit en France à partir des années 1950 pour ses propriétés mécaniques exceptionnelles et la vigueur de son accroissement permettant d'envisager sa récolte à 50 ans.

Avec ses faibles exigences écologiques, cette essence peut subsister sur presque tous les types de sols, à l'exception des sols trop compacts ou hydromorphes ou comportant du calcaire actif. Sa plasticité lui permet d'être utilisée sur de nombreuses stations forestières françaises.

Parmi neufs résineux exotiques candidats pour être utilisés en France. Polge, 1963 a conclu que le Douglas se classait en première position d'une part dans la production en matière ligneuse (largeur des accroissements moyens allant de 5 à 10 mm) et d'autre part dans la croissance initiale puisqu'il ne met que 4 ans pour atteindre 1.30 m de hauteur. En plus de sa bonne productivité, le Douglas s'adapte particulièrement bien aux régions vallonnées de basse et moyenne montagne. On peut le rencontrer aussi bien dans des sites au niveau de la mer qu'à une altitude à plus de 1100 mètres, ainsi que dans des sites de pluviosité annuelle moyenne comprise entre 700 et 1200 mm par an qu'à une température moyenne annuelle allant de 8 à 11°C.

Cette importante ressource ne pourra pas être valorisée seulement sous forme de bois massif pour la construction, du fait de l'importante nodosité et du fait qu'il n'est actuellement pas traitable et ne peut donc pas être préservé efficacement pour obtenir une bonne durabilité vis à vis des agents pathogènes extérieurs. Il est dans ce cas difficile de valoriser de manière optimale les sciages de Douglas.

L'industrie papetière n'est pas mieux lotie vis à vis de cette essence. Pour fabriquer de la pâte à papier chimique de bonne qualité, les plaquettes de bois doivent être pénétrées complètement par la liqueur de cuisson afin d'obtenir une cuisson efficace et uniforme. Le Douglas peu imprégnable donne des paquets de fibres surcuits à l'extérieur et sous cuits à l'intérieur.

Le bois de Douglas à l'état vert est connu par une sécheresse très marquée à cœur. Cette sécheresse du bois à coeur pose de très gros problèmes aux dérouleurs. En effet il est très

difficile de dérouler correctement du bois sec, ce type d'usinage s'accompagnant de nombreux arrachements et fissurations du placage entraînant ainsi des pertes importantes. Le dérouleur est alors confronté à un taux de placage inutilisable important, à un affaiblissement des qualités mécaniques pour les produits dérivés ainsi qu'à une usure d'outils anormale et un grand besoin en énergie. Il est donc indispensable au dérouleur de travailler sur un bois à fort taux d'humidité, par un déroulage de bois vert ou par imprégnation d'eau dans le bois avant déroulage (principalement par bouillotage dans de l'eau chauffée).

Or, la valorisation par déroulage du Douglas se heurte à deux caractéristiques défavorables de son duramen:

- une humidité à l'état vert extrêmement faible, proche du point de saturation des fibres (entre 30 et 40%),
- une très mauvaise imprégnabilité à l'eau.

Ceci rend le déroulage du Douglas très délicat : sur l'aubier (partie externe du billon) possédant une forte humidité le déroulage est tout à fait possible, tandis que sur le duramen (partie interne) le déroulage se dégrade très vite. Il en résulte un taux de déchet extrêmement élevé, seul l'aubier peutêtre déroulé (environ la moitié du volume déroulable du billon), la partie centrale constituée de duramen ne peut pas être travaillée. Pour remédier à cette problématique une opération de bouillotage est appliquée. Le bouillotage ou étuvage à l'eau consiste à immerger le bois dans de l'eau chaude (50 à 70°C selon les espèces) pendant 24h en moyenne. La matière ligneuse étant un bon isolant thermique, l'eau libre constitue généralement le milieu chauffant privilégié dans cette opération. Le temps de chauffe dans le cas du Douglas est doublé voire triplé par rapport à d'autres essences plus humides. Cela se traduit par un gaspillage énergétique et une immobilisation accrue de stocks. D'autre part malgré cette opération, le bois de cœur (duramen) reste insuffisament humide pour que l'opération de déroulage s'effectue dans de bonne conditions.

Ce travail doctoral s'inscrit dans les activités menées par le LaBoMaP (Laboratoire Bourguignon des Matériaux et Procédés) et le LERMaB (Laboratoire d'Etude et de Recherche sur le MAtériau Bois).L'équipe Matériaux et Usinage Bois du LaBoMaP anime le Groupe Usinage Bois. C'est une association qui réunit des chercheurs français (FCBA, INRA Nancy, Université de Montpellier, CIRAD-Kourou, ENSTIB/ Université de Lorraine, IUT de Tarbes) et italiens (CNR Trento, Université de Florence). Cette équipe développe une thématique de

recherche sur l'usinage du bois et s'intéresse à résoudre les problèmes liés au déroulage du bois de Douglas en France. Pour cela, elle a fait appel aux compétences du LERMAB dans l'axe Matériaux et Procédés au niveau de l'équipe Chimie du Bois et Procédés de Préservation. Les activités de cette équipe sont principalement orientées vers l'amélioration de la pérennité du matériau face aux attaques fongiques et vers la caractérisation des substances extractibles, leur rôle et leur valorisation. Elle mène également des activités concernant la modification chimique du bois à l'état divisé et des fibres végétales dans le but de leur conférer de nouvelles propriétés susceptibles de conduire à des applications originales.

L'objectif principal de cette thèse est l'amélioration de l'imprégnation à l'eau du bois de Douglas (principalement le duramen) en vu de son déroulage, tout en veillant à proposer des pistes technologiques exploitables à une échelle industrielle. Cette action de recherche a été divisée en plusieurs approches : dans un premier temps il s'agissait de mieux comprendre les facteurs influençant l'imprégnabilité du bois de cœur de Douglas lors de son étuvage. Dans un second temps, on a cherché à travers différentes techniques d'imprégnation celles qui peuvent apporter une amélioration de l'imprégnation à l'eau. Finalement, on a essayé de valider les techniques les plus prometteuses en terme de reprise d'eau dans le duramen par des déroulages sur des billons de tailles industrielles. Ces déroulages ont été qualifiés par une analyse des efforts de coupe, et par une apréciation de la qualité des placages.

Fort de ce constat la problématique prend toute sa dimension dans une démarche d'analyse ayant pour but de mieux comprendre les causes de la mauvaise imprégnation à l'eau du duramen du Douglas à travers plusieurs modalités d'imprégnation et techniques d'observation.

A terme, l'information principale apportée par la thèse serait de progresser sur la relation humidité du bois avant étuvage / imprégnabilité, et d'étudier l'effet d'un séchage préalable sur les ponctuations aréolées du Douglas.

Ce travail de recherche est décomposé en cinq chapitres. Le premier chapitre traite de l'état de l'art de l'imprégnation, le second porte sur l'imprégnabilité naturelle du Douglas à l'état vert ainsi que des analyses physicochimiques et anatomiques, le troisième chapitre présente les différentes méthodes de trempage utilisées dans cette thèse, le quatrième chapitre introduit la compréhension de l'amélioration de l'imprégnabilité par séchage préalable et le cinquième chapitre porte sur une transposition du procédé d'imprégnation à l'échelle industrielle.

CHAPITRE I: Etat de l'art

I.1. Le Douglas

I.1.1. Le Douglas en France

Le terme de Douglas regroupe deux sous-espèces : le Douglas bleu (*Pseudtsuga menziesii var glauca*), peu vigoureux et rarement utilisé dans les reboisements français et le Douglas vert (*Pseudotsuga menziesii Franco)* dont la croissance est plus rapide. Ce travail s'intéressera au Douglas vert (figure I.1).

Figure I 1. *Forêt de Douglas ou pin d'Oregon*
(source : arte.com)

Le Douglas vert prend ses origines naturelles dans une vaste zone à l'ouest du continent Nord-Américain s'étendant de la Colombie Britannique à la Californie et de l'Océan Pacifique aux contreforts des montagnes Rocheuses.

Les premières plantations de Douglas ont vu le jour en France vers le milieu du XIX^{ème} siècle en Bretagne, dans le massif central et les basses Vosges. Elles se sont étendues ensuite dans presque la totalité du territoire (Mothe, 1988). On estime aujourd'hui le massif de Douglas en France à 420 000 ha, groupé principalement au centre du pays, essentiellement en cinq régions. En effet, plus de 70 % des peuplements de Douglas se concentrent dans le Limousin, la Bourgogne, Rhône-Alpes, l'Auvergne et Midi-Pyrénées. Dans 13 départements du grand Massif Central, la surface de Douglas dépasse 10 000 ha. Dans le Morbihan, l'Orne et l'Eure,

les Vosges et le Bas Rhin, cette surface dépasse 5 000 ha. Ainsi, la France constitue le premier réservoir européen de Douglas, devant l'Allemagne, puis à un degré moindre devant la Grande-Bretagne et l'Espagne.

Depuis son introduction, peu de problèmes ont été rencontrés dans l'exploitabilité du Douglas en France. Sa récolte annuelle est estimée à près de 5,8 millions de m^3 à l'horizon de l'année 2030. La région de la Bourgogne connaît une grande expansion de la production de Douglas (figure I.2), elle est ainsi considérée comme la première région d'exploitation du Douglas devant le Limousin.

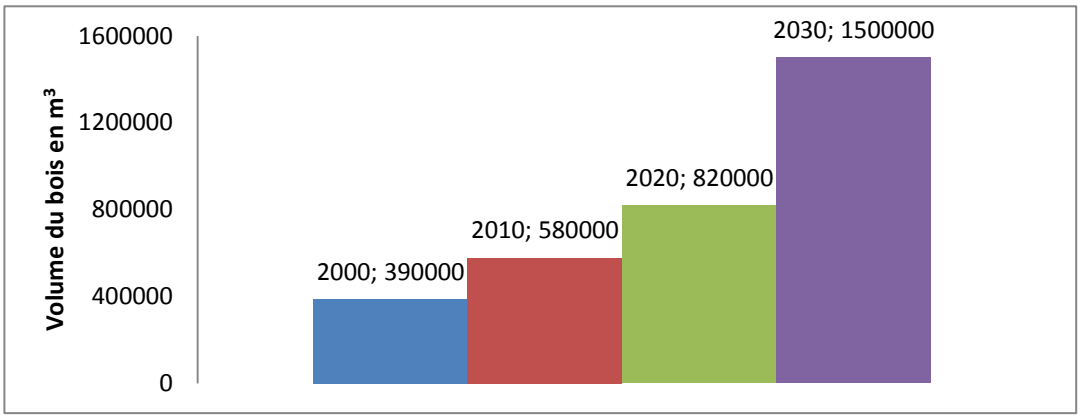


Figure I 2 . *Prévision de l'évolution de la ressource en Douglas en Bourgogne entre 2000 et 2030 (Thivolle-Cazat, 2004).*

Le massif français de Douglas est un massif encore jeune. Les trois classes d'âge les plus représentées sont comprises entre 25 et 40 ans. Selon le site officiel de France Douglas (www.france-douglas.com), la bonne adaptation du Douglas en France lui a permis de bénéficier de conditions de production remarquables et il a participé déjà fortement à l'économie forestière nationale. En 2012, la douglasaie française présente un volume sur pied d'environ 98 millions de m^3, pour un accroissement biologique annuel supérieur à 5 millions de m^3, en dépit de sa jeunesse et des dégâts de la tempête de 1999.

I.1.2. La récolte des grumes

Depuis 25 ans, la récolte des grumes de bois d'œuvre a enregistré une augmentation constante. Elle est passée de 250 000 m^3 en 1980 à près de 2 000 000 de m^3 en 2001 (France Doouglas) et ce au lendemain des tempêtes de décembre 1999. Après environ 15 ans de décroissance (1990 – 2006), la récolte a connu une nouvelle augmentation. Toujours selon le site officiel de France Douglas, la production des sciages au cours de la même période a connu une

augmentation de 5% en chaque année, dépassant désormais 850000 m^3 en 2006. L'évolution parallèle de la production en sciage avec la récolte des grumes reflète bien la capacité d'adaptation de l'industrie française à la progression de la production forestière en bois.

Les efforts déployés dans les reboisements de Douglas, permettront à cette ressource d'être dans avenir proche équivalente à celle des massifs de sapins-épicéas et de pins maritimes. Selon l'FCBA (Forêt Cellulose Bois-construction Ameublement), à l'échéance de 2030, la production forestière nationale de bois d'œuvre serait de l'ordre de 6 millions de m^3, générant un potentiel de production de sciages supérieur à 2,5 millions de m^3 par an (figure I.3).

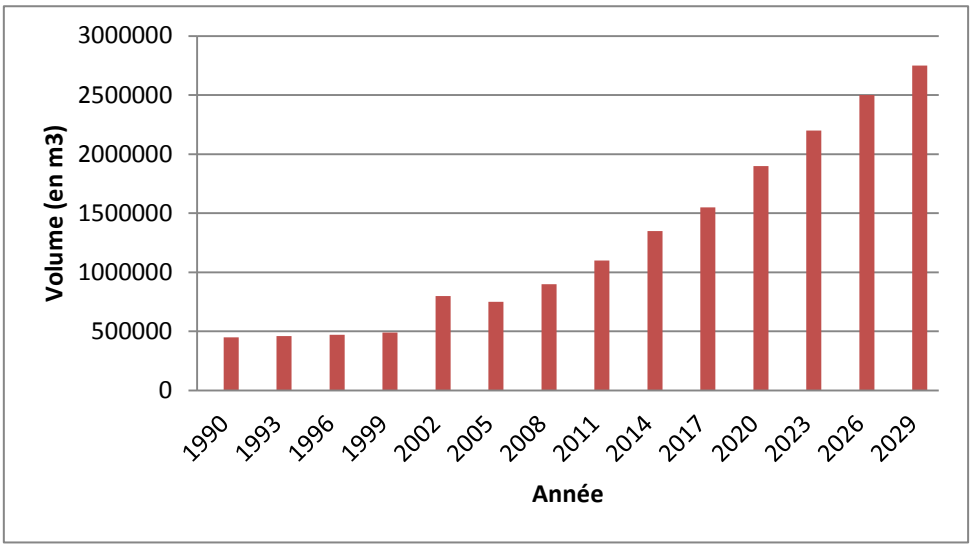


Figure I 3. *Production forestière nationale de bois d'œuvre (source: http://www.france-douglas.com/2012-05-11-20-03-13/la-ressource/perspectives-de-recolte)*

Ainsi, l'ensemble des territoires implantés par le Douglas devrait bénéficier d'une valorisation par transformation de cette nouvelle ressource dont les qualités sont largement reconnues.

I.1.3. Qualité du Douglas

Le pin d'Oregon est le plus grand arbre chez les conifères après le séquoia. Il peut atteindre 80 mètres de haut avec un fût très droit, libre de branche sur une quarantaine de mètres et dont le diamètre à la base peut atteindre plus de 2 mètres. Ces dimensions ne sont atteintes que par les arbres indigènes du continent américain dont l'âge est de 1000 ans (Outahyon, 2008). Dans les exploitations européennes, l'âge d'exploitation ne dépasse guère 80 ans. Les arbres sont de dimensions plus modestes mais atteignent grâce à leur croissance rapide, un diamètre de 0,5 à 0,6 m (Outahyon, 2008). La dureté «Chalais-Meudon » du bois de Douglas est

comprise entre 1,25 et 2,5 daN.mm^{-2}et sa densité moyenne est de l'ordre de 0.5. Les cernes de Douglas sont bien marqués (figure I.4), le bois initial (bois de printemps) et le bois final (bois d'été) sont bien différenciés. La texture du Douglas est toujours stable quelle que soit la vitesse de croissance.

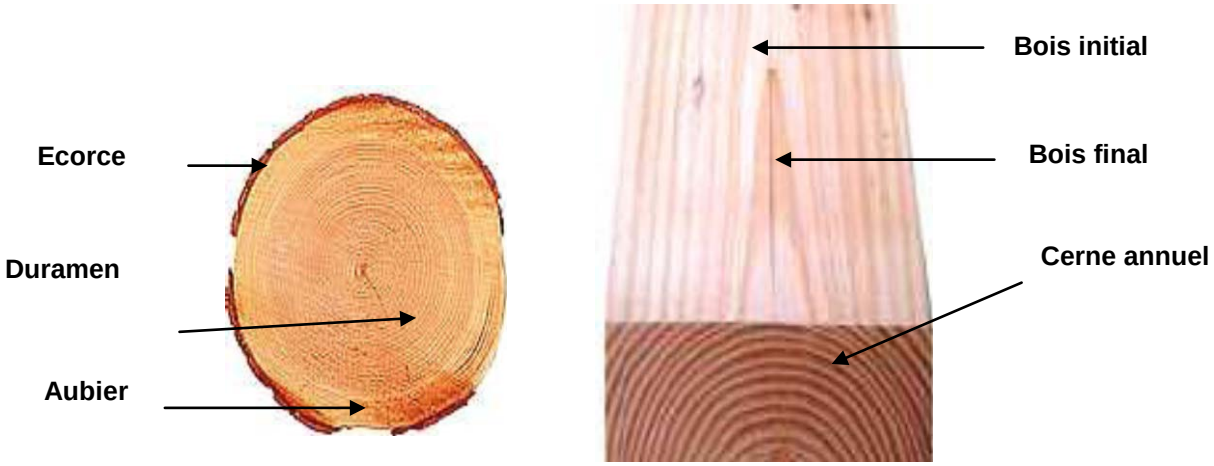


Figure I 4. *Bois de Douglas ou Pin d'Oregon (Outahyon, 2010)*

Le Douglas est actuellement la 5 ème espèce résineuse en volume en France. Il en présente 8 %, répartis en forêt publique (18 millions de m^3) et en forêt privée (74 millions de m^3). L'Inventaire Forestier National (IFN) a élaboré une cartographie du volume sur pied par région forestière avec étude de la répartition géographique du Douglas sur le territoire national (Figure I.5).

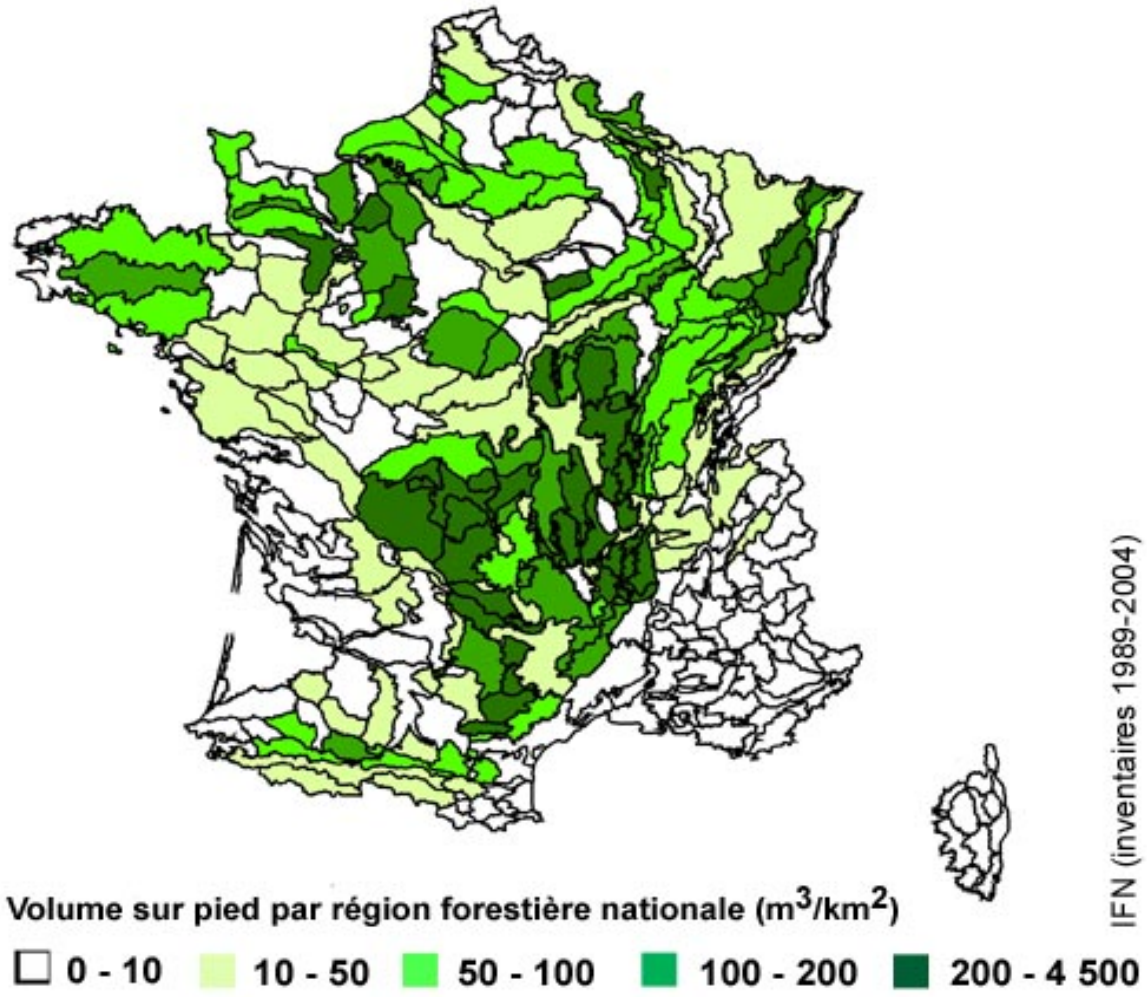


Figure I 5. *Volume sur pied du Douglas par région forestière nationale (m^3/km^2)*
http://www.inra.fr/var/dryade/storage/htmlarea/2789/carte_douglas_IFN_BON.jpg

Les années à venir offrent un marché très prometteur au Douglas en France (tableau I.1). Ce potentiel énorme substituerait une partie conséquente des volumes de bois tropicaux actuellement importés d'Afrique ou de Brésil. Ainsi, le Douglas français serait dans l'avenir pour les clients français une alternative aux bois blancs des voisins allemands, de Scandinavie ou d'Europe orientale.

Tableau I. 1. Les principales utilisations des sciages de Douglas français en 2010 (Clair, 2010)

Destination	**Production en sciage Douglas**	**Estimation de la consommation du marché français en sciages résineux**	
		Volume	% importé
Emballage	250 000 à300 000 m3	2,5.106à3.106 m3	25 %
Charpente Tradionnelle	350 000 à 400 000 m3	Autour de 2,5.106 m3	25 %
Bois lamellé-collé	Autour de 30 000 m3	200 000 à 250 000 m3	80%
Bardage	Autour de 30 000 m3	Autour de 100 000 m3	Inconnu
Ossature	10 000 à12 000 m3	Autour de 50 000 m3	Inconnu
Charpente industrielle	Très faible	800 000 m3	90 %

I.1.4. Propriétés physiques du bois de Douglas

Le bois produit par le Douglas présente un duramen sec et coloré (résineux rouge), un aubier bien différencié et une forte texture en dépit de cernes d'accroissement souvent larges. Malgré sa croissance rapide, le Douglas possède une densité (500 $kg.m^{-3}$ en moyenne) supérieure à celle des sapins et des épicéas (450 $kg.m^{-3}$ en moyenne) (Strullu, 1974). C'est le seul résineux courant qui associe une forte largeur de cernes et une excellente caractéristique mécanique (compression, traction, flexion). Comparativement aux autres résineux, le bois de Douglas se caractérise par peu de perte en densité lorsque la largeur des cernes augmente. Ceci permet une conduite assez intensive des peuplements sans préjudice de la qualité du bois. Il se distingue également par un faible retrait au séchage, une bonne stabilité dimensionnelle et peu de déformation dans le temps.

Selon le guide des essences de bois, publié conjointement par le CTBA et les Editions Eyrolles - 1997, la masse volumique du Douglas à 12 % d'humidité est généralement comprise entre 510 et 550 $kg.m^{-3}$. Le Douglas est une essence assez stable

dimensionnellement. Pour une baisse d'humidité de 1%, le coefficient de retrait radial[1] moyen est de 0,17% et le coefficient de retrait tangentiel[2] moyen est de 0,27%. Le retrait volumique[3] total est en moyenne de 13,2%. Le Douglas se caractérise par une moindre tendance à se déformer que la plupart des autres résineux.

I.1.5. Caractéristiques mécaniques

Douglas possède des caractéristiques mécaniques élevées par rapport aux autres résineux, le qualifiant d'un excellent bois pour l'emploi en structure. Son module d'élasticité longitudinal en flexion est de 12100 $N.mm^{-2}$ (MPa) (www.france-douglas.com). Ses contraintes de rupture en compression axiale, en traction axiale et en flexion parallèle sont respectivement 55 $N.mm^2$, 93 $N.mm^{-2}$ et 85 $N.mm^{-2}$.

I.1.6. Comportements écologiques et sylviculture

Douglas présente peu d'exigences écologiques. Il tolère une pluviométrie allant de 400 à plus de 3000 mm et il résiste bien au froid. Il est très plastique pouvant être utilisée sur de nombreuses stations forestières, à l'exception des sols trop compacts ou hydromorphes, ou comportant du calcaire actif.

C'est une essence de pleine lumière dont l'installation ne pose pas de difficultés particulières. Toutefois, il est conseillé de lui fournir une protection latérale à cause de son enracinement superficiel dans des situations ventées, au moins pendant les premières années. A part sa sensibilité aux sécheresses de printemps au cours des premières années, le Douglas tolère les froids hivernaux et supporte bien la sécheresse estivale.

I.1.7. Anatomie et plan ligneux du bois

Issu de l'activité biologique, le bois est un matériau aux propriétés variables. C'est un ensemble de tissu d'origine secondaire, à paroi lignifiée, formant un matériau poreux hétérogène, perméable mais fortement anisotrope et hygroscopique (Keller, 1994). Le bois est produit à partir de l'assise génératrice libéroligneuse (cambium) qui est une zone d'activité continue. Elle se trouve sous l'écorce, formée par des cellules indifférenciées (toujours

[1] C'est la variation des dimensions dans la direction radiale en pourcentage correspondant a une variation de 1% du degré d'humidité du bois.
[2] C'est la variation volumique ou linéaire en pourcentage correspondant a une variation de 1% du degré d'humidité du bois
[3] C'est la variation volumique ou linéaire en pourcentage correspondant a une variation de 1% du degré d'humidité du bois

jeunes), cette assise produit du bois à l'intérieur et du liber à l'extérieur. Elle assure ainsi la croissance en diamètre de la plante (Keller, 1994).

Le bois présente dans l'arbre des fonctions bien déterminées telles que la conduction de sève brute, le soutien mécanique et le stockage de réserve nutritives. Les deux rôles fondamentaux du bois (conduction et soutien) sont remplis avec des cellules mortes qui ont perdues leur protoplasme et dont il ne subsiste que la paroi. Les parois des cellules de bois sont caractérisées par la présence de lignine. Grâce à la lignification des parois de ces cellules, le bois devient rigide, relativement hydrophobe et plus résistant à la biodégradation par rapport aux autres tissus végétaux. Ainsi, les couches de bois formées au cours de la vie de l'arbre sont conservées et forment un cylindre sur lequel vient s'appliquer chaque année un nouveau cerne de circonférence supérieure, ainsi l'arbre se dote d'une quantité de nouveaux éléments conducteurs, croissante parallèlement aux besoins en sève brute (Ghazil, 2010).

Les cellules mortes du bois (cellules conductrices de sève et cellules de soutien) sont associées à des cellules vivantes qui sont des cellules de parenchyme capables de stocker et de mobiliser des réserves ou d'élaborer des substances. Dans les couches du bois les plus anciennes, les cellules de parenchyme finissent par mourir (Jacquiot *et al*, 1973).

Macroscopiquement, le bois est un matériau fortement variable. Cette variabilité est liée à la forte hétérogénéité qu'on observe à différentes échelles de l'arbre à la molécule (figure I.6).

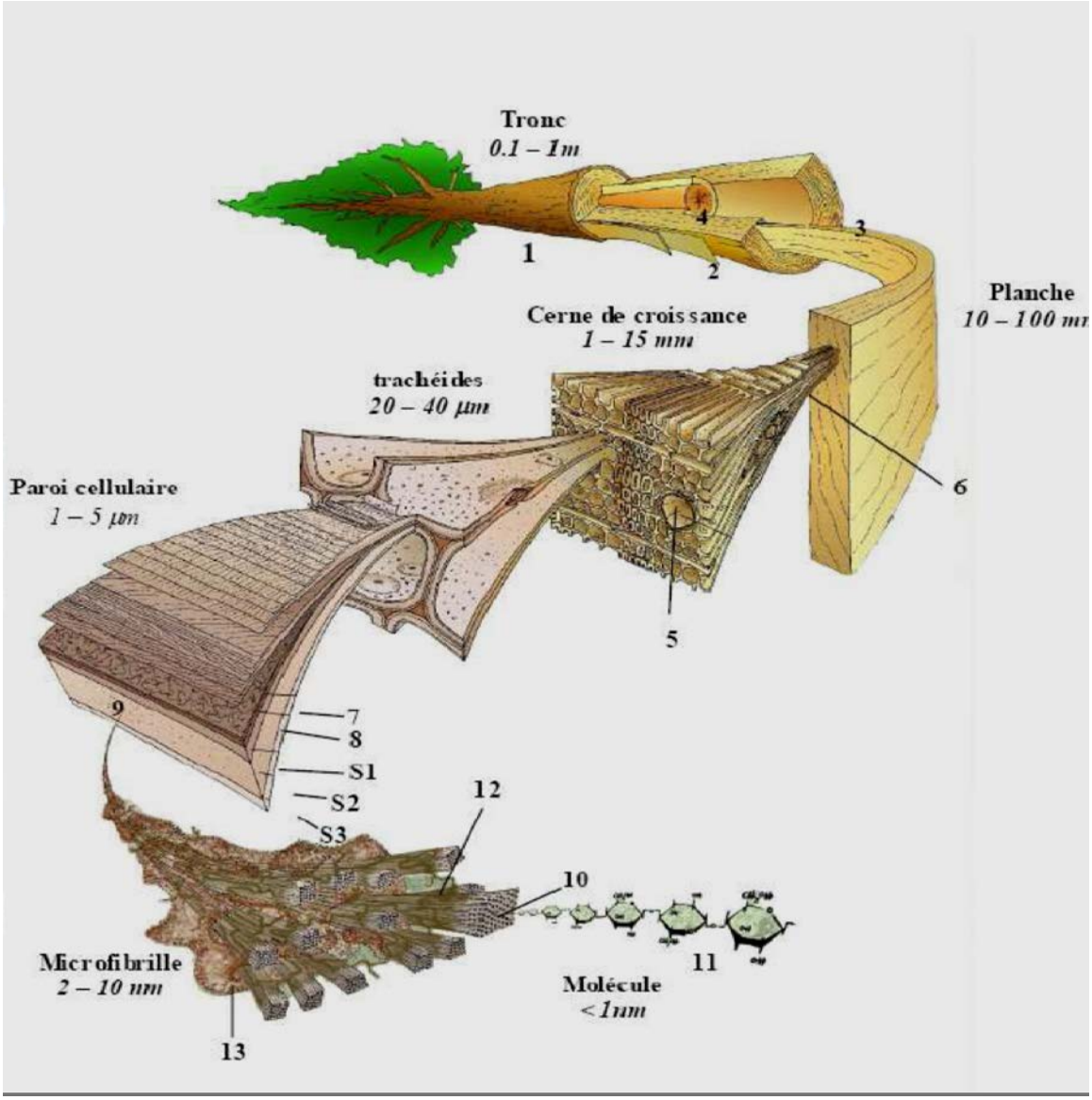


Figure I 6.*Différentes échelles d'observation du matériau bois (Harrington, 1999)*

A l'échelle d'un arbre, le tronc est constitué de nombreuses couches concentriques visibles à l'œil nu sur une coupe transversale (Figure I.7). Ces couches, appelées « accroissements » ou « cernes annuels » sont le résultat de l'activité de différenciation cellulaire du cambium. Dans les régions tempérées, le cambium n'est actif que pendant la saison de végétation allant du printemps à la fin d'été. Il produit chaque année une couche de bois appelée cerne annuel dans lequel, on peut parfois distinguer le bois initial formé au printemps du bois final formé à la fin de la période de végétation (Zimmermann, 1983).

La structure générale d'un tronc d'arbre montre plusieurs composants. On peut distinguer de l'extérieur vers l'intérieur :

- L’écorce externe : Enveloppe protectrice du tronc d'un arbre et de ses branches que l'on peut détacher du bois
- L'écorce interne (liber) : c’est la couche située entre l'écorce et l'aubier, qui assure le transport de la sève élaborée par des tubes criblés.
- L'aubier : qui est la zone périphérique du tronc dans laquelle les cellules de parenchyme sont vivantes. Il est généralement de couleur claire. Les couches les plus externes de l'aubier sont conductrices de la sève brute.
- Le duramen : est la partie centrale du tronc qui ne contient que des cellules mortes.
- Le cambium : constitue l'assise génératrice qui donne naissance au bois, au liber secondaire (cambium interne) et au liège (cambium externe).

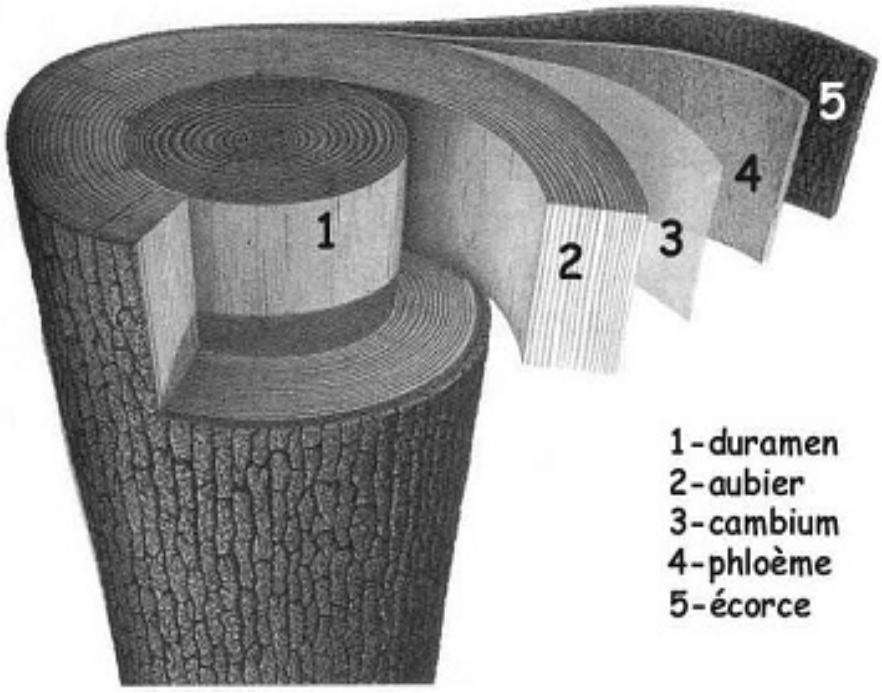


Figure I 7.*Structure générale d’un tronc*
(extrait de «La Nature» cité par Bary-Lenger, 1993)

I.1.7.1. Le cas des résineux

L'étude du plan ligneux des résineux montre que les cellules formant le bois sont peu spécialisées (possèdent plusieurs fonctions à la fois) (figure I.8). Plus de 90% du volume du bois de résineux est constitué de trachéides longitudinales (keller, 1994) qui sont des cellules allongées issues des initiales fusiformes du cambium (cellules initiales qui donnent naissance aux cellules allongées longitudinalement du liber et du bois). Les trachéides remplissent à la fois un rôle de conduction de la sève brute et un rôle de soutien mécanique. Elles se chevauchent au niveau des extrémités et mesurent en moyenne 3 mm de long. Au niveau de leurs faces radiales, elles portent des ponctuations aréolées qui permettent la communication et donc le passage de la sève brute d'une trachéide à une autre.

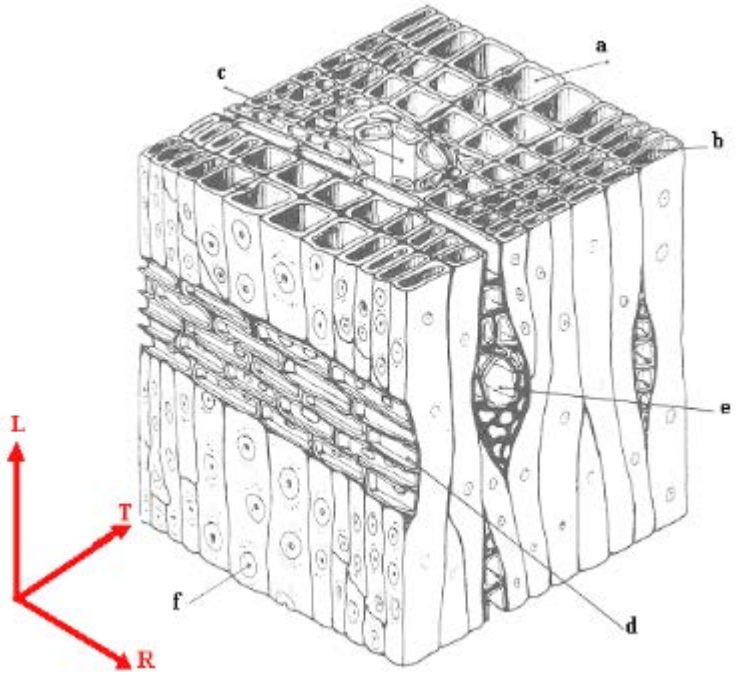


Figure I 8. *Eléments anatomiques des résineux. TR : Face transversale ; LR : face radiale ; LT : face tangentielle ; f: ponctuation aréolée; d : rayon (parenchyme horizontal) ; a : trachéide du bois initial ; b : trachéide du bois final ; c : canal résinifère longitudinal ; e : canal résinifère horizontal (Robert et Catesson, 1990).*

I.1.7.2. Le cas du Douglas

En coupe transversale et à partir du cerne de deuxième année, on peut différencier le bois initial composé de trachéides, largement ouvertes, du bois final formé de trachéides de plus petite taille, de même diamètre tangentiel mais au lumen plus étroit (Figure I.9).

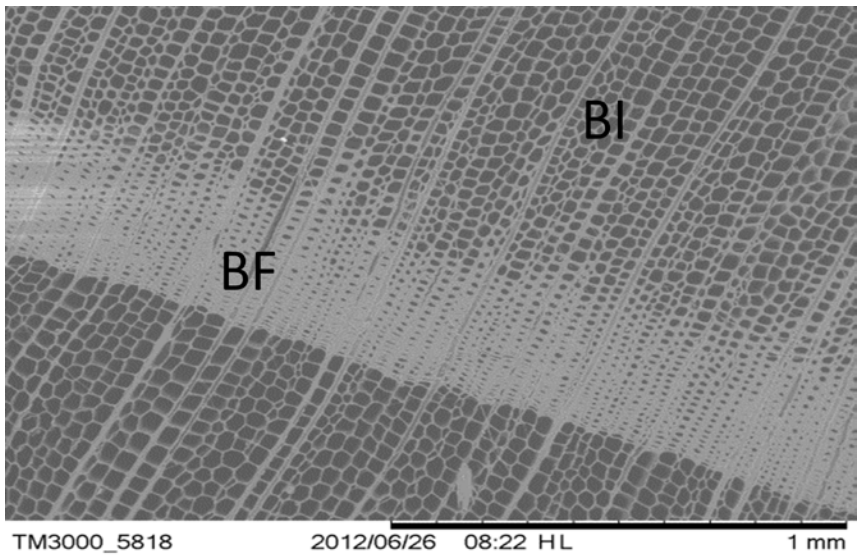


Figure I 9. *Coupe transversale d'un Douglas montrant le bois initial (BI) et le bois final (BF) (Elaieb et al, 2012)*

Chez le Douglas, les trachéides sont accolées les unes aux autres sans méats (espace libre intercellulaire) (Figure I.10). Des épaississements spiralés sont toujours nettement reconnaissables (Figure I.11). En coupe transversale, le parenchyme horizontal est constitué de rayons ligneux unisériés (Figure I.12). En coupe longitudinale radiale passant par l'axe du tronc, des rayons ligneux dans le sens de la longueur sont observés (Figure I.13). Dans la zone de contact entre les éléments verticaux et les éléments horizontaux, on trouve des ponctuations dont le type dépend de la nature des parois en contact. Les parois radiales des trachéides possèdent de grandes ponctuations aréolées unisériées (Figure I.14). Dans les champs de croisement (zone de contacte entre trachéides verticales et rayons ligneux), on note la présence de petites ponctuations simples du type picéoïde (Figure I.15).

Les canaux résinifères du Douglas sont de taille moyenne (Figures I.16), situés surtout dans le bois final, des poches de résines y sont présentes.

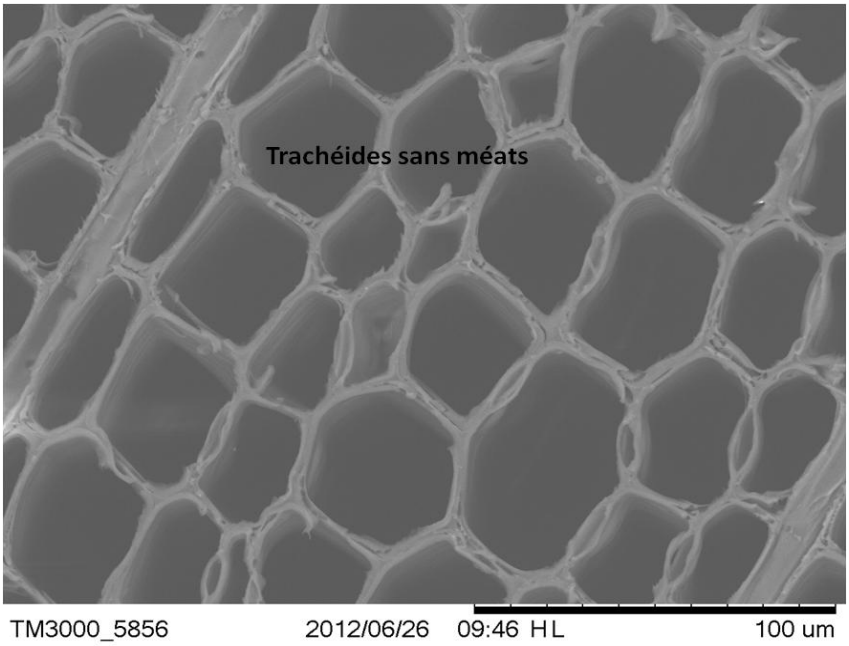


Figure I 10. *Trachéides sans méats, Douglas (Elaieb et al, 2012)*

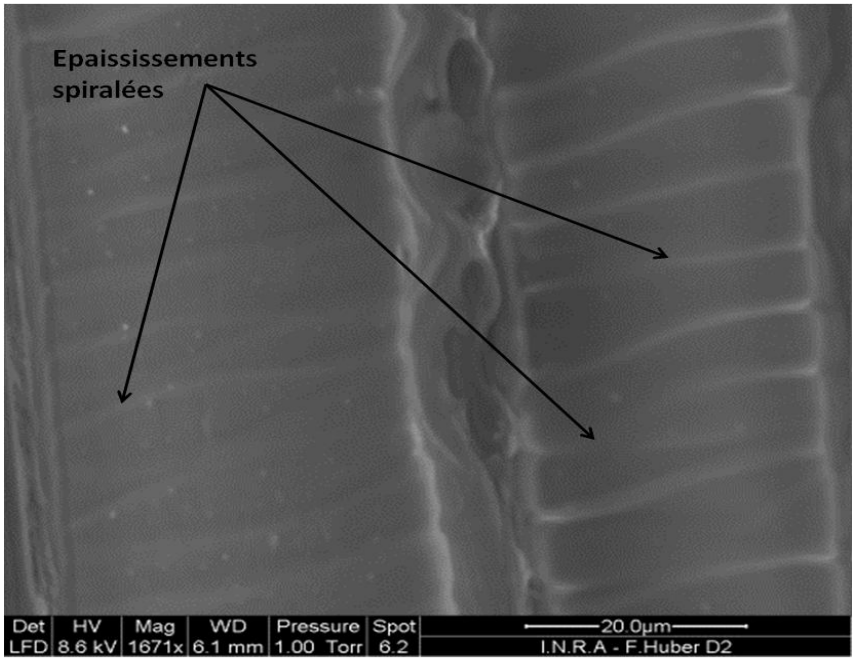


Figure I 11. *Epaississement spiralé, Douglas (Elaieb et al, 2012)*

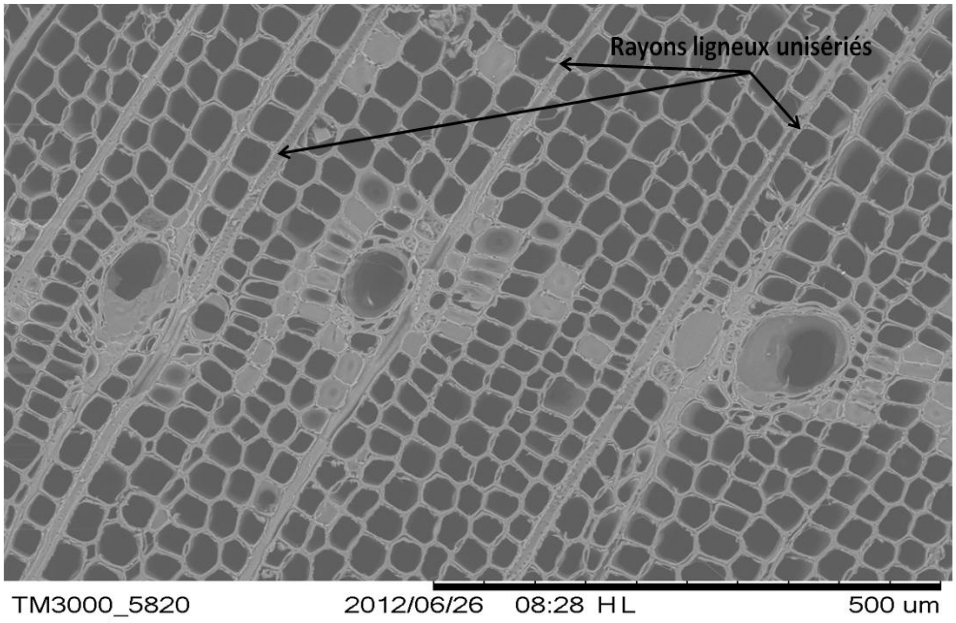


Figure I 12. *Rayons ligneux (RL) unisériés, Douglas (Elaieb et al, 2012)*

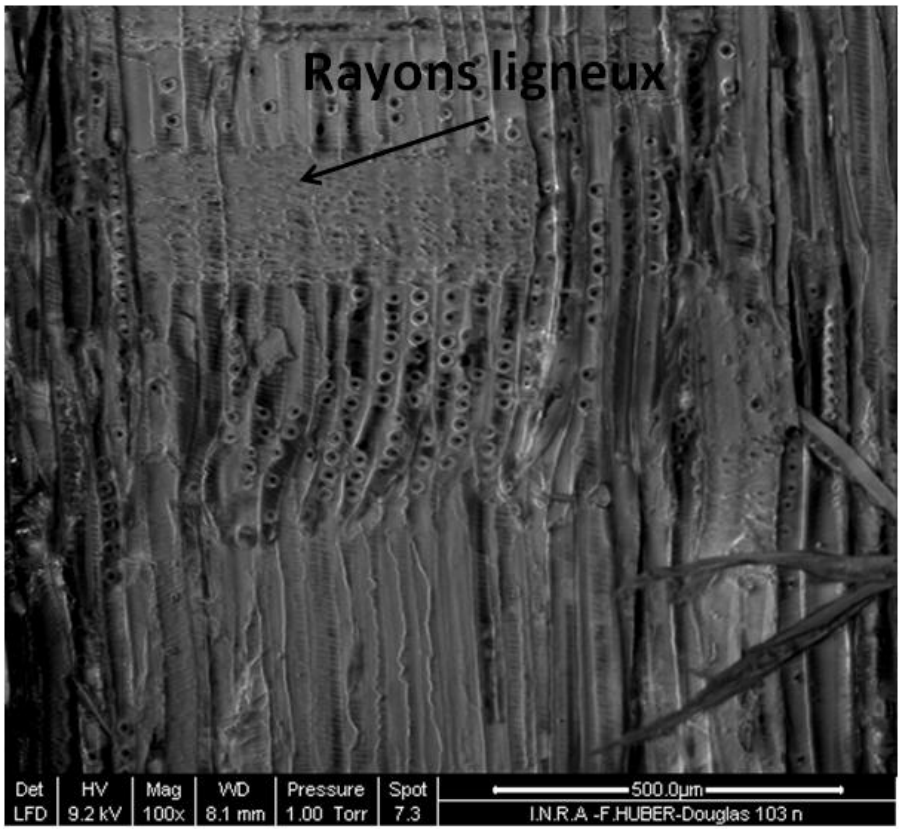


Figure I 13. *Rayons ligneux en coupe radiale longitudinale, Douglas (Elaieb et al, 2012)*

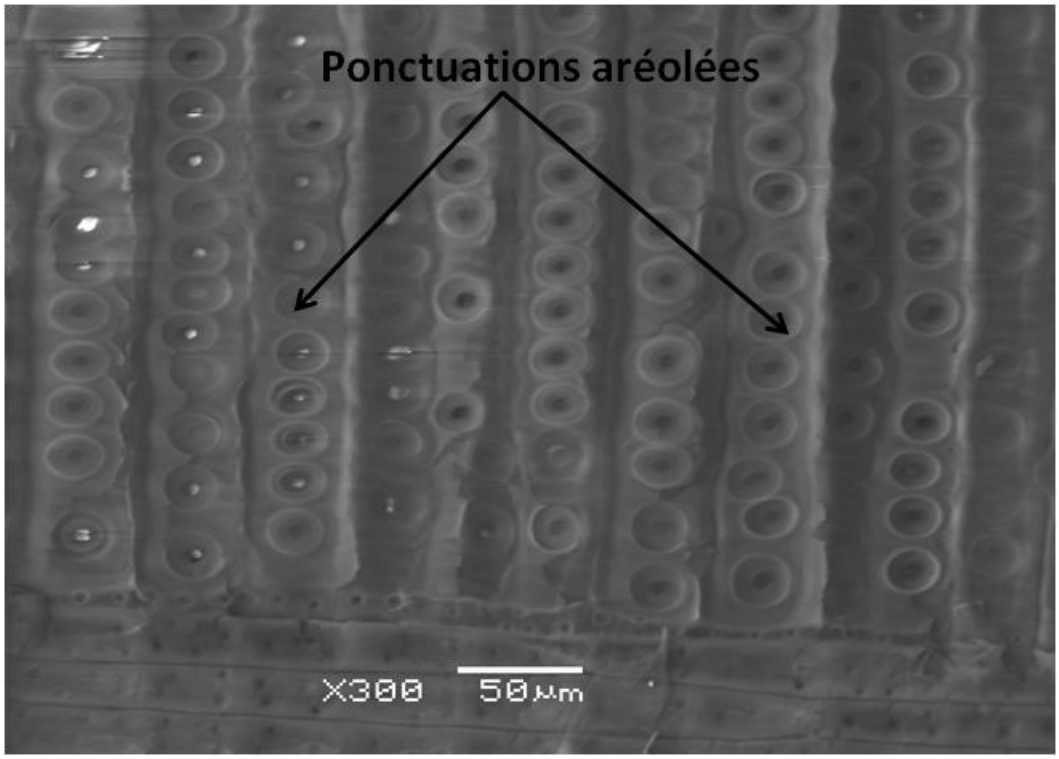


Figure I 14. *Ponctuations des trachéides en coupe radiale, Douglas (Elaieb et al, 2012)*

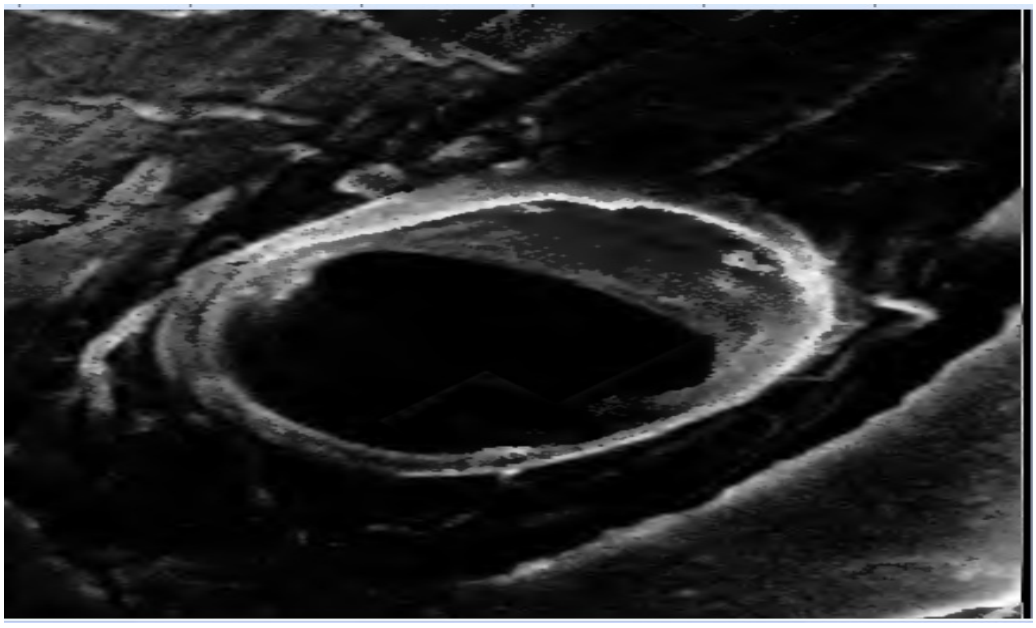


Figure I 15. *Détail d'une ponctuation simple de type picoide, résineux/Douglas (Strullu, 1974)*

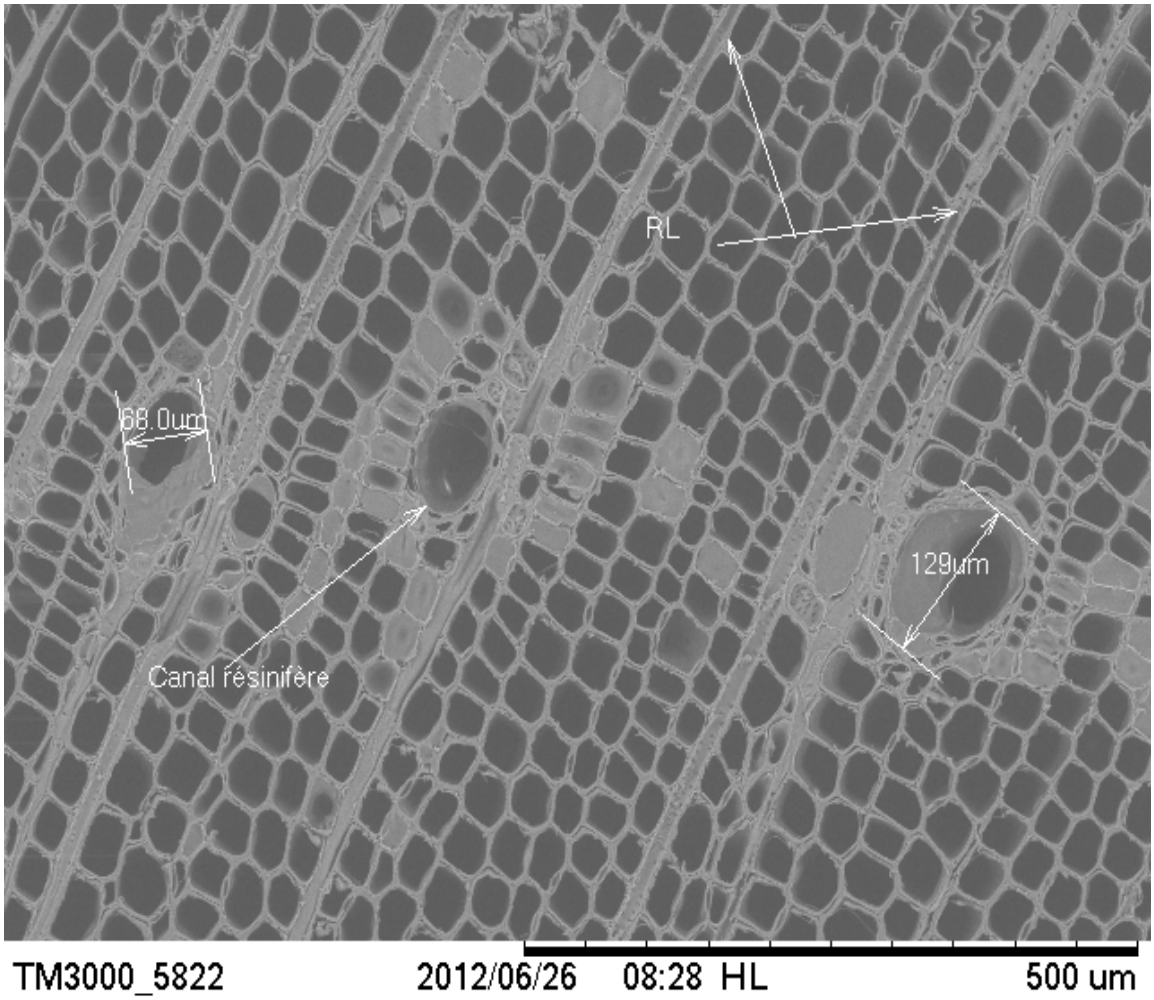


Figure I 16. *Canaux résinifères, Douglas*
(Elaieb et al, 2012)

I.1.7.3. Les ponctuations des parois cellulaires des résineux/Douglas

A fin d'établir les échanges nécessaires à leur existence, toutes les cellules végétales communiquent les unes avec les autres. Dans le bois, des ouvertures traversent les membranes primaires et secondaires des parois lignifiées (Figure I.17). Ces ouvertures sont appelées ponctuations.

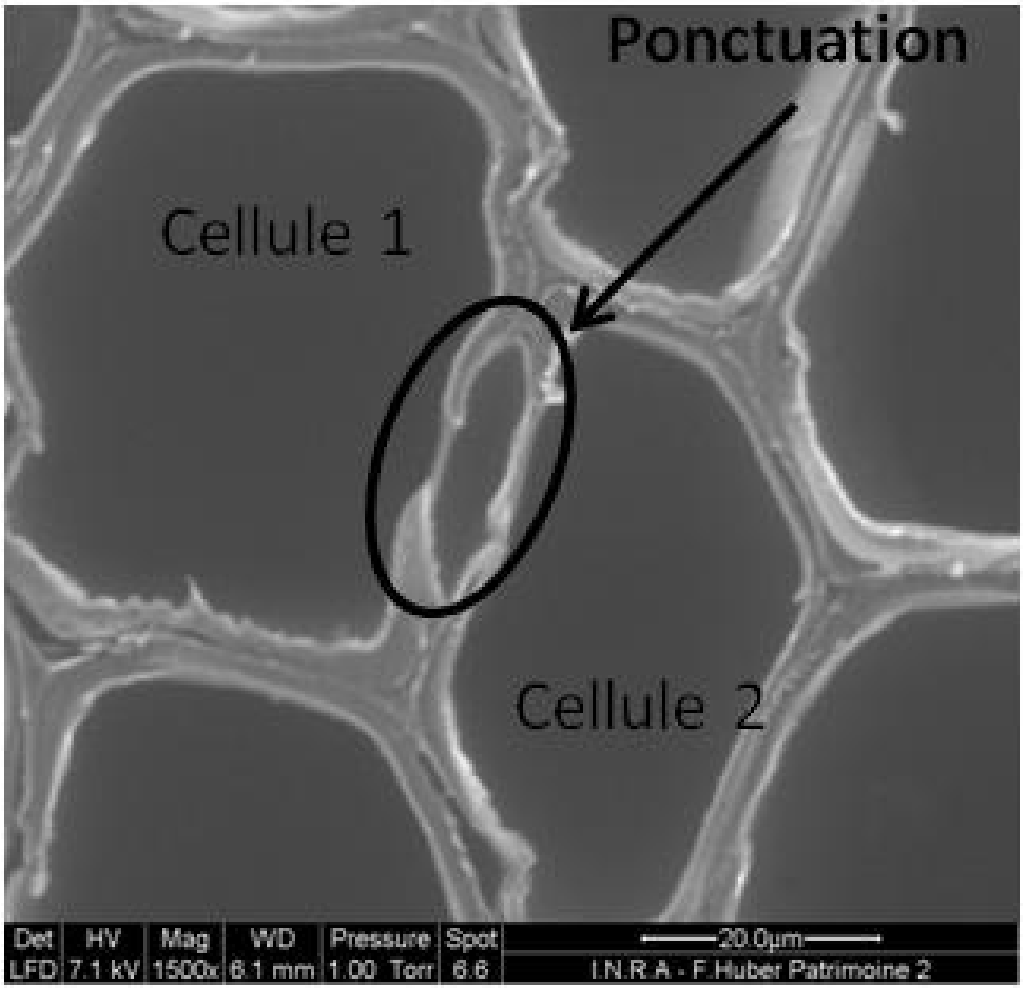


Figure I 17. *Ponctuation aréolées d'un Douglas en coupe transversale (Elaieb et al, 2012)*

Les ponctuations constituent le principal système de communication des trachéides chez les résineux. Trois types de paires de ponctuations sont présents (figure I.18):

- La ponctuation simple, généralement localisée entre deux cellules de parenchyme.
- La ponctuation semi-aréolée entre une cellule de parenchyme et une cellule de trachéide, avec la partie aréolée orientée du coté trachéide.
- Une ponctuation aréolée, située entre deux trachéides longitudinales ou radiales (Siau, 1984).

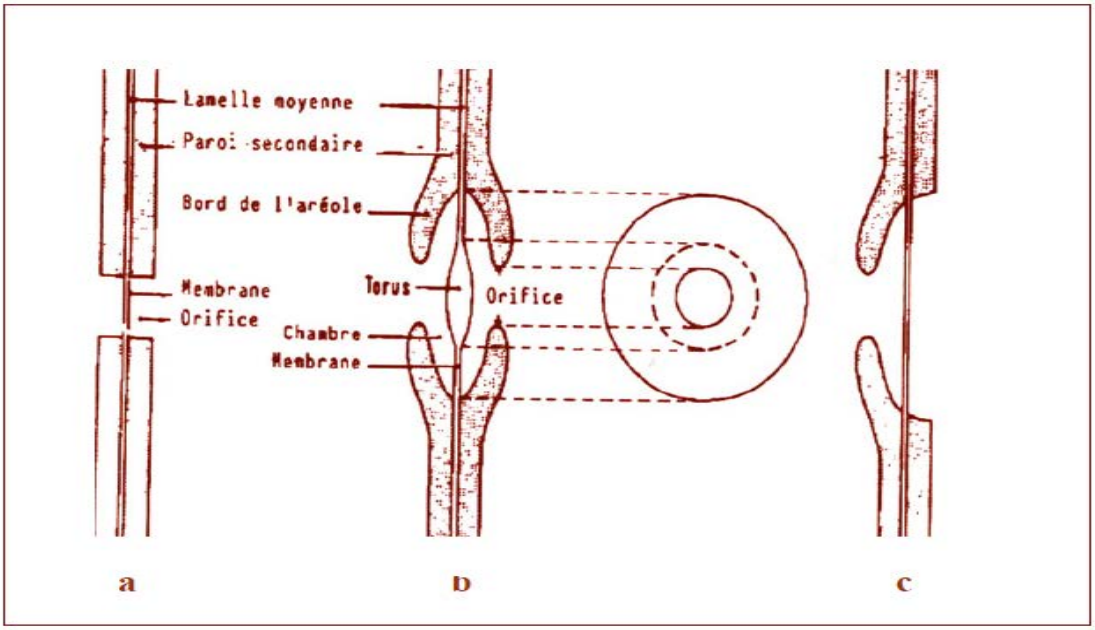


Figure I 18. *Les différents types de ponctuations, résineux/Douglas*
(a) Ponctuation simple, (b) Ponctuation aréolée dont le torus est aux milieux, (c) Ponctuation semi-aréolée. (Grosser, 1977 cité par Keller, 1994)

Parmi les trois types de ponctuations, la ponctuation aréolées présente une influence la plus significative sur les propriétés d'imprégnation puisque presque tous les bois des résineux sont constitués de trachéides. Le diamètre total des chambres des ponctuations aréolées de résineux est de l'ordre du 6 à 30 µm (Figure I.19). La comparaison des ponctuations aréolées entre bois initial et bois final montre un diamètre total plus petit dans le bois final associé à une membrane et un torus plus épais.

Les ouvertures dans le bois final ressemblent plus à des capillaires alors que celles du bois initial à des orifices. Cette variation est susceptible de produire des différences significatives dans les transferts de flux (Siau, 1984).

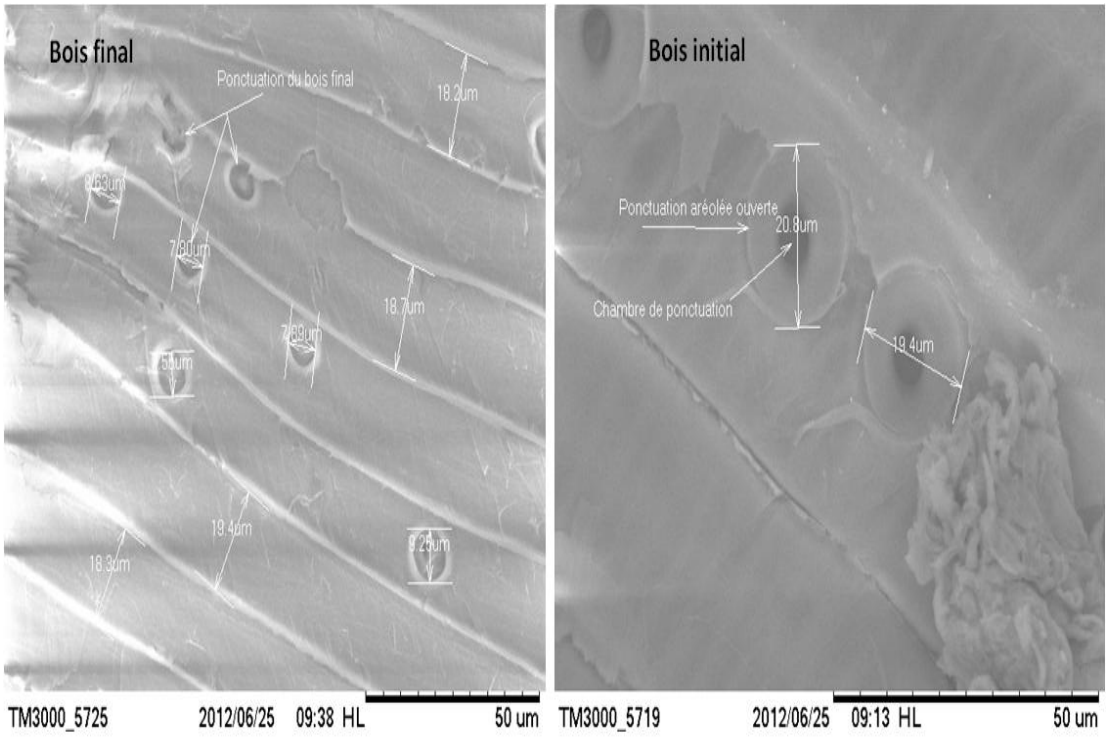


Figure I 19. *Dimensions d'une ponctuation aréolée, résineux/Douglas (Elaieb et al, 2012)*

S'il est présent, le torus possède un diamètre allant du tiers à la moitié du diamètre de la chambre. Le torus est la portion épaissie au centre de la membrane de la ponctuation (figure I.20a). Il est constitué des matériaux de la paroi primaire (substances pecto-cellulosiques). Il est caractéristique des espèces de la famille des pinacées. Généralement, il n'existe pas d'ouverture apparente dans le torus, mais occasionnellement, de petits trous sont observés chez certaines espèces. Le torus est entouré d'une membrane appelé marge (figure I.20b), formée de plage de microfibrilles de cellulose rayonnant du torus vers la périphérie de la chambre. Les espaces séparant ces microfibrilles permettent le passage des fluides et des petites particules à travers la membrane de la ponctuation.

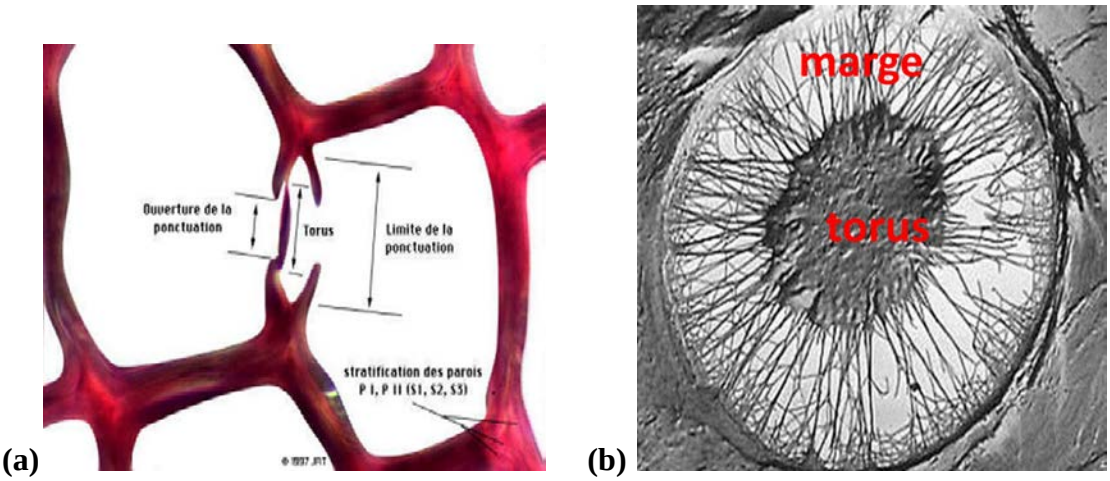


Figure I 20. *Détail d'une ponctuation aréolée, résineux/Douglas (http://www.biologie.uni-hamburg.de/b-online/e06/hoftupf.htm)*

Le torus est un disque lignifié. Il est élaboré par les deux cellules contigües au moment où celles-ci sont encore physiologiquement actives. Ce disque rigide est formé des deux parois primaires qui se sont lignifiées seulement au niveau du renflement de la membrane de la ponctuation. Ainsi, la lamelle moyenne, également lignifiée, retient de part et d'autre le torus.

La marge de la membrane de la ponctuation autour du torus permet le passage de la sève brute d'une trachéide à une autre (figure I.21a). Elle est formée de la paroi primaire partiellement hydrolysée.

Lorsque le torus est accolé à la paroi secondaire de droite ou de gauche à l'intérieur de la chambre de la ponctuation (figure I.21b), la sève ne peut plus passer car deux éléments se soudent temporairement.

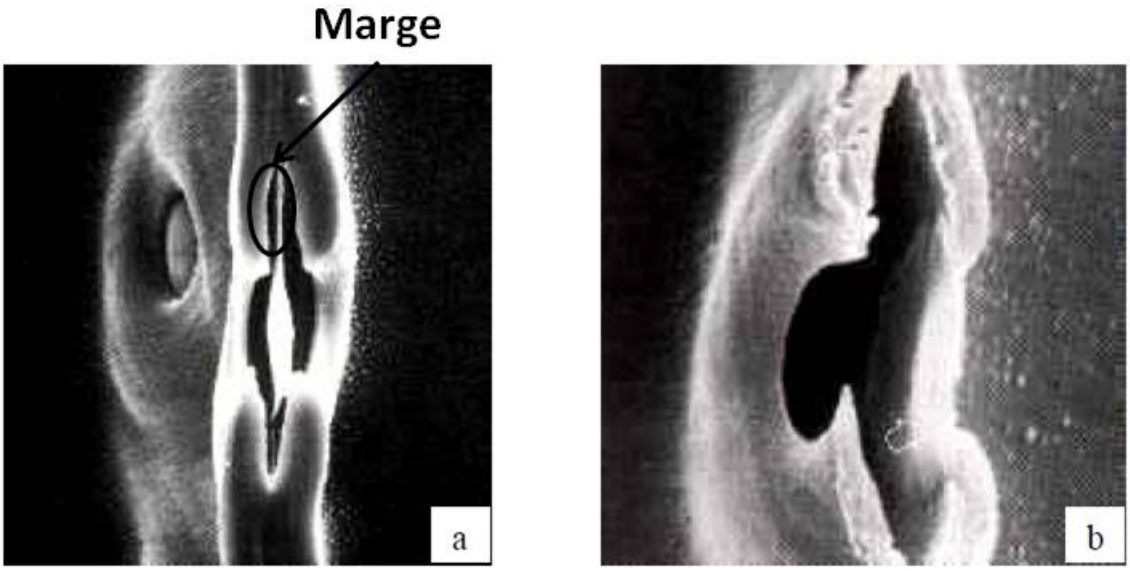


Figure I 21. *Ponctuations aréolées non aspirées (a) et aspirées (b) (Saiki, 1982)*

Chez les angiospermes (plantes à graine couverte : feuillus) comme chez les gymnospermes (plantes à graine nue : les résineux), l'écoulement des liquides s'effectuent par les ponctuations, on peut dire donc que l'écoulement du liquide est contrôlé par la membrane de la ponctuation.

Les membranes des ponctuations simples ou semi-aréolées chez les résineux et les feuillus ne présentent pas de différence. En revanche, les membranes des ponctuations aréolées sont différentes chez ces deux essences. Chez les résineux, elles sont composées de fibrilles de cellulose qui rayonnent du torus centrale vers la marge de la chambre de la ponctuation (figure I.22). Leur diamètre est estimé entre 0,02 à 4 µm.

Chez les feuillus, les membranes des ponctuations ne possèdent pas de torus. Elles sont continues dans la chambre des ponctuations. Les ouvertures dans les membranes des ponctuations présentent une taille comprise entre 5 et 170 nm.

Dans la ponctuation aréolée présentée dans la figure I.23, le torus et la membrane obturante sont enlevés ; la cavité de la ponctuation est alors visible par la face interne.

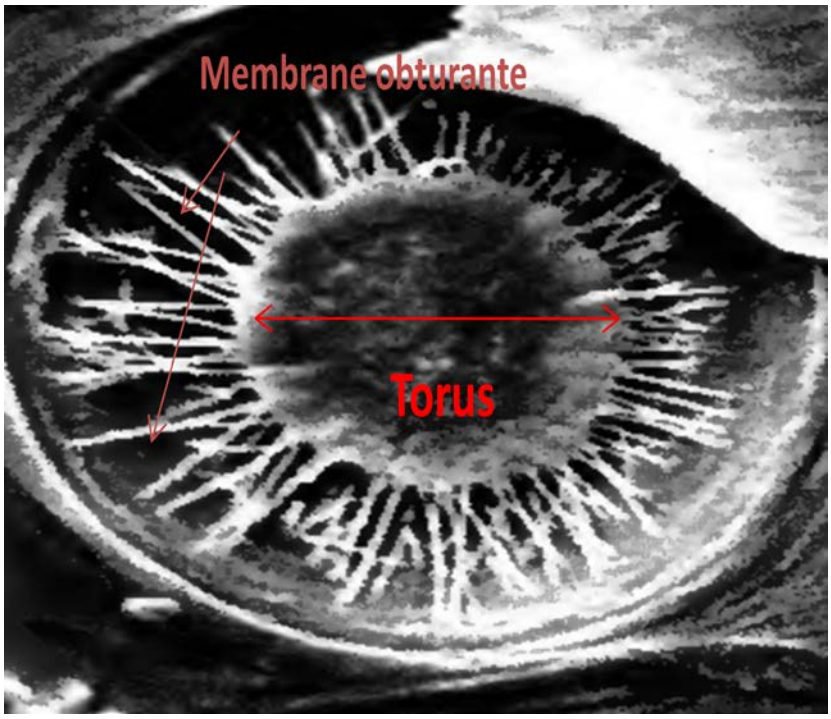


Figure I 22. *Ponctuation aréolée montrant le torus et la membrane obturante résineux/Douglas (Strullu, 1974)*

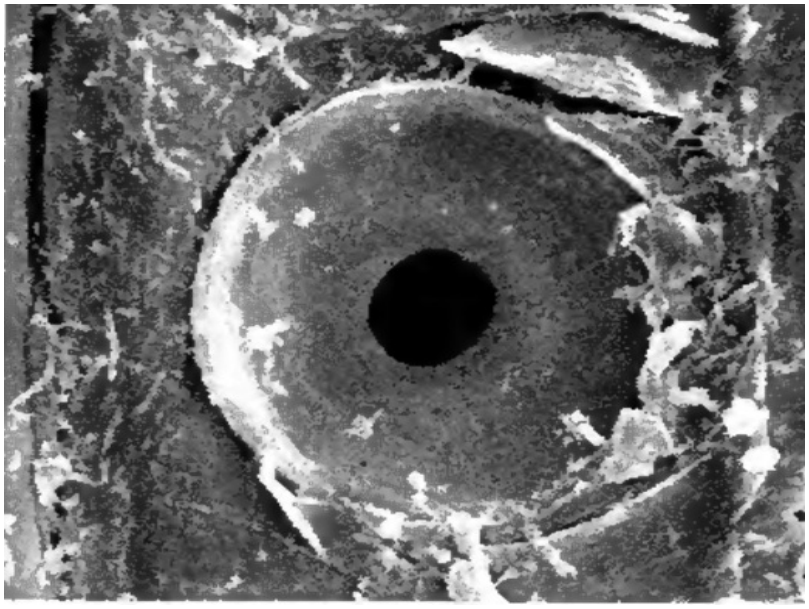


Figure I 23. *Ponctuation aréolée*
Le torus est enlevé montrant la cavité de la ponctuation en coupe radiale, résineux/Douglas (Strullu, 1974).

Dans les champs de croisement chez le Douglas, il existe des ponctuations simples de type picéoide (figure I.24). Ces ponctuations possèdent une ouverture elliptique étroite, oblique par rapport au grand axe de la trachéide et dépassant parfois le diamètre de la ponctuation.

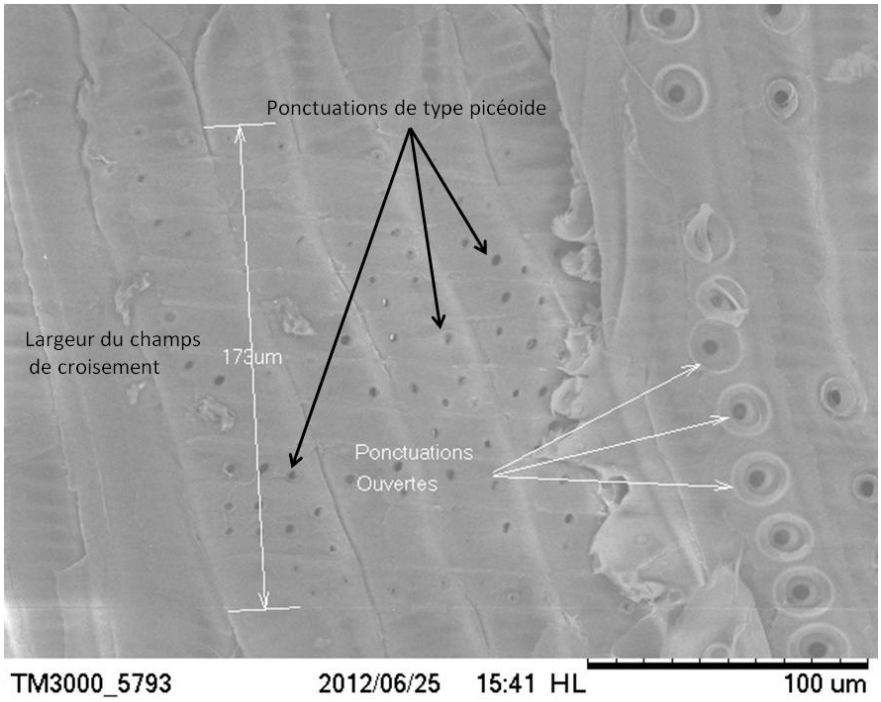


Figure I 24. *Champ de croisement*
(en coupe radiale)
caractérisé par des ponctuations de type picéoide, résineux/Douglas (Elaieb *et al* 2012)

L'aspiration de la membrane d'une ponctuation aréolée est un phénomène qui caractérise le bois de certains résineux dont le duramen du Douglas français. Ce phénomène est la conséquence d'une embolie (figure I.25). La transpiration foliaire est le principal moteur de la circulation de la sève brute dans l'aubier. Les éléments conducteurs se trouvent ainsi sous une pression hydrostatique inférieure à la pression atmosphérique. Plusieurs raisons peuvent provoquer une embolie (gel, blessure etc.), c'est-à-dire l'apparition de bulles d'air dans la cellule conductrice. La pression dans une trachéide, lieu de production de l'embolie, devient égale à la pression atmosphérique. Mais comme la pression régnante dans les trachéides voisines est inférieure, la paroi primaire des ponctuations est « aspirée » vers ces dernières. Le torus vient alors s'appliquer contre l'orifice de la ponctuation et peut ainsi l'obstruer hermétiquement.

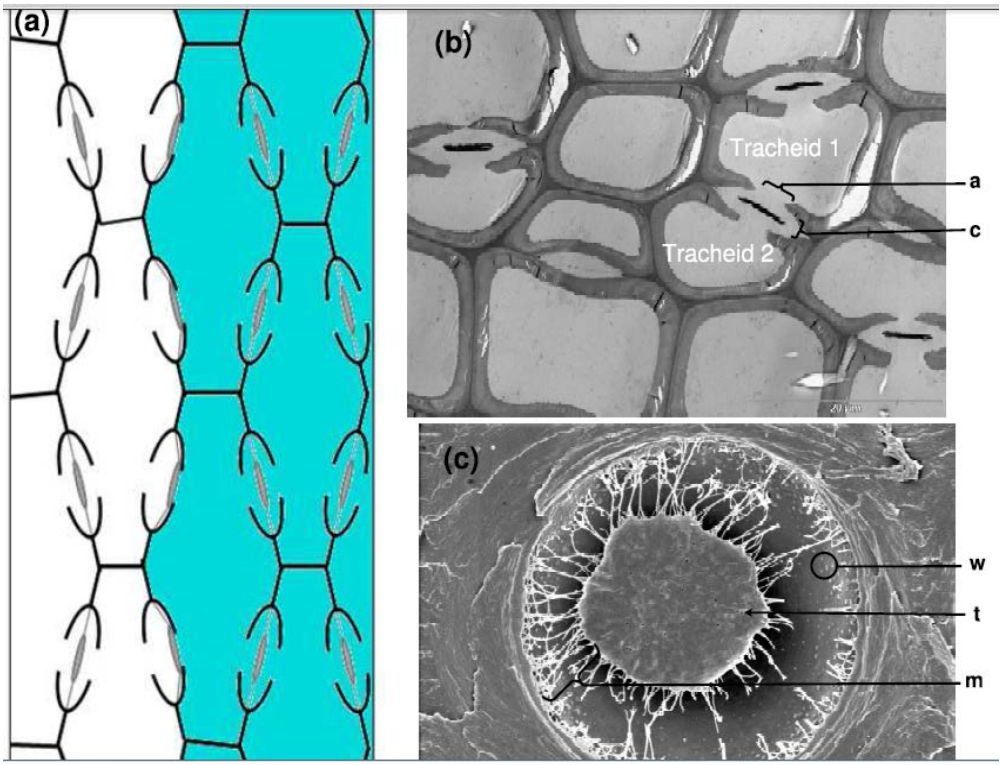


Figure I 25. *Réseau de trachéides et ponctuation aréolée des gymnospermes (Lamy, 2012)*

(a) Schéma d'un réseau de trachéides (vue longitudinale tangentielle). En blanc les trachéides embolisées (remplies d'air et de vapeur d'eau) et en bleu les trachéides fonctionnelles, entre les deux, les torus des ponctuations aréolées séparent l'air de la sève. Ils sont aspirés (coté sève, car la pression est décroissante du coté air vers le coté sève) et donc plaqués contre l'ouverture. (b) image de microscopie électronique à transmission montrant, en coupe transversale, un réseau de trachéides avec des ponctuations aréolées non aspirées. (c) image de microscopie électronique à balayage montrant une ponctuation aréolée non aspirée, une partie de la chambre a été enlevée pour permettre de voir le torus et les microfibrilles.

Légendes : a : ouverture de la ponctuation aréolée (pit aperture), c : chambre de la ponctuation aréolée (pit chamber), w : verrues sur les parois de la chambre (warts), t : torus de la ponctuation aréolée (torus), m : microfibrilles suspendant le torus (pit margo.

Dans une ponctuation aréolée aspirée de résineux (figure I.21b), le torus est fermement maintenu contre l'auréole de la paroi secondaire par des liaisons hydrogènes, scellant le passage entre deux cellules adjacentes. Il est généralement admis que l'aspiration des ponctuations est irréversible, bien que la dé-aspiration ait été observée. Hansmann, 2002 à mis en évidence les facteurs contribuant au phénomène d'aspiration sont les suivants :

- ✓ Le liquide évaporé à l'intérieur des fibres doit former des ponts hydrogènes et avoir à la fois des propriétés de donneur et d'accepteur d'électrons.
- ✓ Le gonflement du bois par le liquide contenu dans la fibre ;
- ✓ Une différence de pression générée par des ouvertures de la membrane de la ponctuation suffisamment petites et qui crée le déplacement de la membrane.
- ✓ Une faible rigidité de la membrane de la paroi
- ✓ Une tension de surface et un angle de contact dont la relation doit être telle que la force capillaire initiale déplace la membrane.

I.1.7.4. Observation expérimentale des torus

L'observation expérimentale des ponctuations et plus particulièrement des torus diffèrent selon les objectifs attendus. Watanabe *et al.,* 1998, a utilisé le scanner microscopique d'électron (Scanning Electron Microscopy (SEM)) pour évaluer les fractures de la ponctuation de bois des conifères provoquées par la pré-compression dans le sens radial (figure I.26). L'étude a été menée chez *Pseudotsuga menziesii* et *Cryptomeria japonica* et a montrée un détachement du torus de la limite des ponctuations avec des fissures sur le torus. Christophe *et al*, 2006, (Figure I.27) ont utilisé la Microscopie électronique de Balayage (MEB) pour tester, mesurer et prédire l'embolie des ponctuations aréolées dans les troncs, racines et branches à différents endroits verticaux et radiaux chez les jeunes et les vieux arbres de *Pseudotsuga menziesii*. Le recours au CLSM (Confocal Laser Scanning Microscopy) par Matsumura *et al*., 2005, (Figure I.28) a été réalisé pour calculer le pourcentage d'aspiration des ponctuations de bois de *Cryptomeria japonica* à partir de la moelle à l'écorce. La technique du CSLM permet d'observer le positionnement réel des torus au niveau des ponctuations en trois dimensions en descendant dans la coupe transversale suivant l'axe Z.

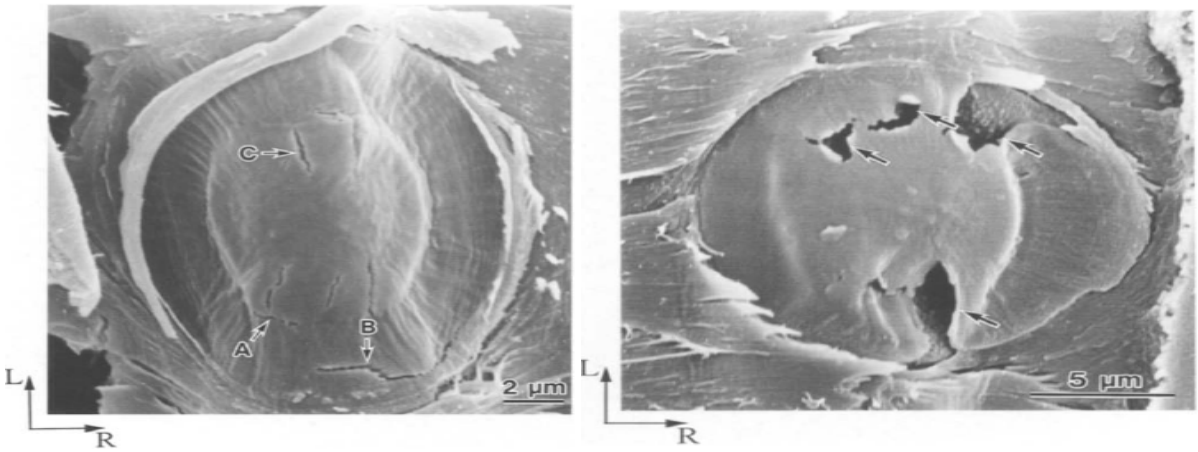


Figure I 26. *Fractures des ponctuations de bois de conifères provoquées par pré compression dans le sens radial observées par microscope électronique par balayage. (Watanabe et al, 1998)*

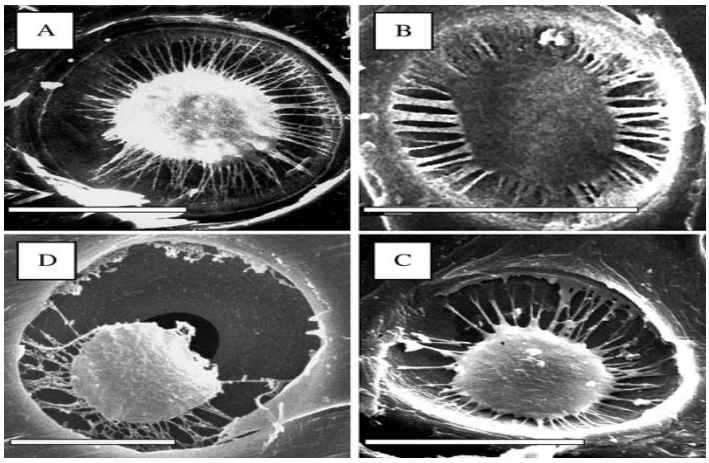


Figure I 27. *Images d'embolisme de ponctuation aréolée dans les troncs, racines et branches prises par un scanner microscopique d'éléctrons (*Christophe *et al.,* 2006*)*
(A) ponctuation non aspire du bois initial, (B) ponctuation non aspire du bois final, (C) ponctuation aspire du bois initial, et (D) torus déchiré du bois initial (après exposition de l'échantion du bois à un jet d'air sous pression de 5.0 MPa) de Pseudotsuga menziesii. La Barre represente10 µm

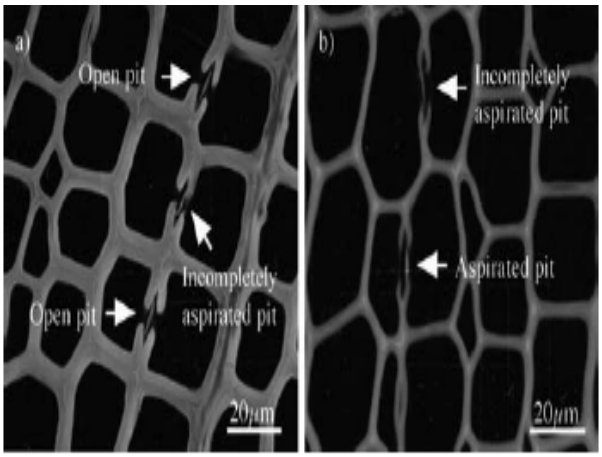


Figure I 28. *Profils d'aspiration des ponctuations de Cryptomeria Japonica (Matsumura et al., 2005)*

I.2. Déroulage et étuvage du bois

I.2.1. Généralité sur le Déroulage du bois

Le déroulage du bois est défini comme un procédé de découpage du bois nécessitant des troncs des billons pas trop déformé (belle forme) pour ne pas trop perdre en rendement. Il consiste à trancher une feuille assez fine de bois, sur un tronc d'arbre en rotation à l'aide d'un outil de coupe, le procédé est continue jusqu'à épuisement du tronc (figuresI.29). Une bille de bois peu fournir un métrage continu important de placage.

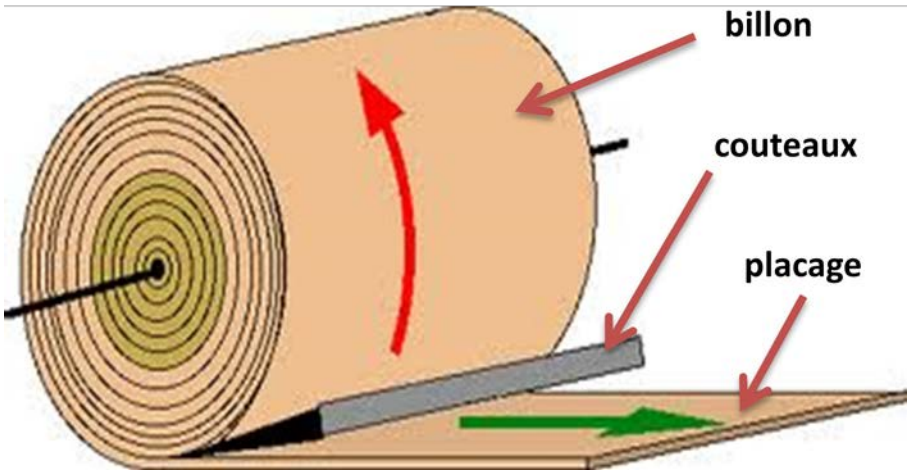


Figure I 29. *Procédé de découpe d'une feuille de bois (http://www.snv.jussieu.fr/bmedia/bois/contreplaque.htm)*

Le concept de déroulage n'a été défini dans les dictionnaires qu'après 1920 et il connait une évolution remarquable intimement liée à celle de l'industrie du contreplaqué. En effet, les premiers placages ont été réalisés par sciage il y a 5000 ans. Le début du XIX^{ème} siècle a été marqué par le passage d'une production manuelle à une production industrielle mais toujours par sciage.

D'après Kollmann et *al*. (1975) et Baldwin (1981), le déroulage est né en 1818, suite à la fabrication d'une première machine produisant un ruban continu de placage par rotation d'un billon devant un couteau de faible angle de bec. En 1825, le français Charles Picot a développé un concept voisin au déroulage : le tranchage. A partir de 1940, des dérouleuses de plus en plus perfectionnées ont commencé à apparaitre. Les dérouleuses « Dresser » (USA) et « Garand » (France) étaient équipées d'une barre de pression placée en avant de l'arête du couteau Ces dérouleuses étaient capables de traiter des billons de 2m de long à une vitesse de production de 4 à 5 m de placage par minute.

Depuis le déroulage n'a cessé de se développer surtout à partir des années 1980 avec la révolution informatique et ses répercussions sur tous les niveaux de la chaine de production. Contrairement aux métaux, l'usinage du bois s'effectue à des vitesses beaucoup plus élevées (100 fois) car, d'une part il est moins dense et d'autre part beaucoup plus usinable. De telles vitesses exploitent l'effet d'inertie des cellules du bois, qui seront coupées sans être déformées ou cassées sous la pression de la lame.

La coupe par déroulage, nécessite des conditions spécifiques. En effet, le bois ramolli éventuellement par un traitement hygrothermique (étuvage : voir paragraphe I.2.3), est usiné par coupe tangentielle dans une direction présentant les plus faibles efforts de coupe. En déroulage, on parle souvent de coupe en mode 0°/90° (premier angle = entre l'arête de l'outil et la fibre / second angle : entre l'arête et le mouvement de coupe), c'est le mode développant le moins d'effort de coupe dans le bois car en partie le plan de coupe se crée par délamination des cellules (rupture au niveau de la lamelle moyenne).

Les vitesses sont faibles (jusqu'au 3m.s^{-1}) par rapport aux vitesses utilisées dans d'autres types d'usinage tel que le sciage (10 – 40 m.s^{-1}). Dans ce type d'usinage avec stabilisation thermique, l'eau libre présente dans le bois, joue à la fois le rôle de lubrification, de refroidissement et surtout comme vecteur de chaleur dans le bois lors de l'étuvage, l'eau étant bien meilleur conducteur que la matière lignocellulosique. L'absence de cette eau ou sa présence en petite quantité chez certaines espèces, pose d'énormes problèmes et engendre,

pour ces bois trop secs à l'origine, de grande difficulté au déroulage. Ces difficultés sont aggravées par les variations rapides de valeur et de direction des efforts de coupe causées par l'hétérogénéité du bois et par les coincements fréquents, ainsi que l'émoussement rapide des couteaux des dérouleuses.

Dans le cas du Douglas par exemple, le rythme de remplacement des lames pour dégradation peut aller jusqu'à 8 heures (en général de 4 à 6 heures) et dans les cas extrêmes à moins de 20 minutes. Les lames des dérouleuses ne sont aiguisées que du côté de la surface de dépouille (figures I.30).

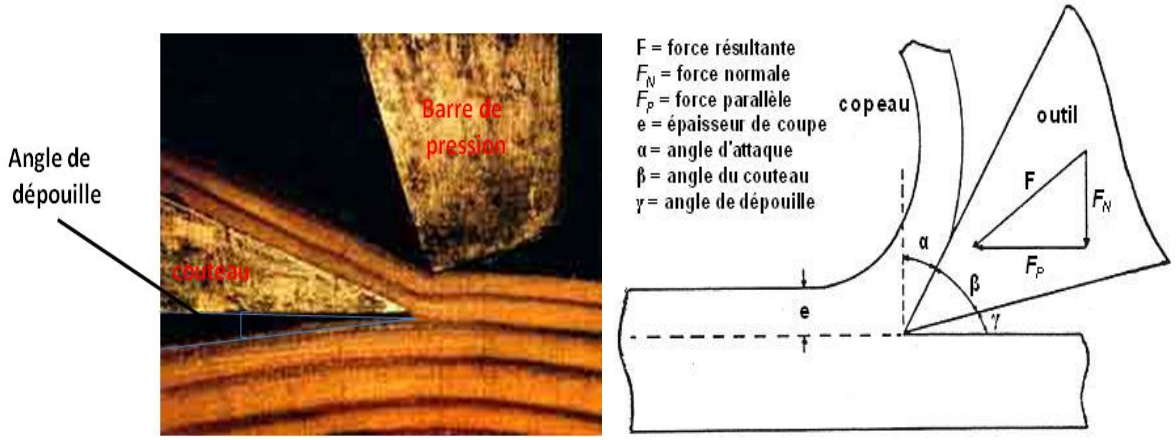


Figure I 30. *Dérouleuse de bois :*
Emplacement du couteau et de la barre de pression
(http://theses.ulaval.ca/archimede/fichiers/23336/ch02.html)

I.2.2. Problèmes liés au déroulage du Douglas

Le déroulage du bois impose des efforts particuliers au moment de la coupe pour l'obtention d'un placage de qualité. La faible densité de certaines essences comme le peuplier et le tilleul permet de réaliser l'opération à froid, les autres essences doivent être préalablement plastifiées par la chaleur pour obtenir des placages utilisables avec une dépense d'énergie relativement faible. L'étuvage des grumes s'effectue généralement dans des cuves en béton de 10 à 15m de long et de 3 à 4m de largeur et de profondeur. Les grumes écorcées et humides sont soumises dans ces cuves à l'action directe de la vapeur ou de l'eau chaude (bouillotage). Elles sont ainsi chauffées entre 65 et 85°C suivant les essences, les moins denses sont soumises aux températures les plus faibles. La durée de cette opération dépend des essences et varie proportionnellement au carré du diamètre des grumes. Ainsi qu'une grume d'okoumé à 60 % d'humidité et de 0,80m de diamètre exige une durée d'étuvage de trois jours pour une

température moyenne de 65°C et nécessite 60 kg de vapeur par mètre cube de grume (Marchal, 1989).

Bien que la qualité des placages fournis soit parfois inférieure à celle des bois tropicaux traditionnellement utilisés par les industries du déroulage en France, le Douglas reste parmi les premières essences les plus déroulées dans le monde. Pour cette essence a différence d'humidité très marquée du bois vert entre l'aubier et le duramen est à l'origine de la dégradation de qualité du placage (Thibaut, 1988). Ce phénomène existe chez la plupart des résineux ainsi que chez les Douglas américains (Kollmann et Coté, 1968) mais semble atteindre des niveaux de gravité accentués chez les Douglas introduits en Europe (Chalk et Bigg, 1956 ; Mothe, 1994 ; Hecker, 1995 ; Teischinger et Krenn, 1985). En effet, le déroulage de bois à trop faible teneur en eau (ce qui est le cas du duramen de douglas) s'accompagne souvent d'arrachements, de fissurations et de déstructurations du placage. Plusieurs auteurs ont observé une dégradation de la qualité des placages dans le bois de cœur du Douglas avec une forte rugosité (George et Miller, 1970 ; Hecker, 1995 ; Sachsse et Roffael, 1993).

Le rôle exact de l'humidité, tout comme le niveau minimal nécessaire pour garantir une coupe de qualité est assez bien connue pour une réussite de la coupe du bois vert. L'eau combinée au bois lui donne une nouvelle rhéologie, une grande déformabilité et une diminution des résistances mécaniques. Dans ce domaine, Takano et Kinoshita (1992) ont observé une décroissance de la rugosité de placages de Cryptomeria japonica avec l'humidité lorsque celle-ci varie entre 100 et 250 %. Par ailleurs, Mothe et Marchal (2000) ont mis en évidence une amélioration significative de la qualité du déroulage grâce à une élévation homogène de plus de 10 % de l'humidité du duramen.

En plus de la structure et du type de son plan ligneux, la mauvaise imprégnabilité chez certains bois est particulièrement lié à sa duraminisation. Les modifications chimiques et physiques au cours de la transformation de l'aubier en bois de cœur, peuvent constituer des obstacles à l'imprégnabilité du bois.

La littérature parle souvent de deux grands facteurs qui influencent considérablement la capacité du bois à être pénétré par un liquide. Ces facteurs pourront être à l'origine de la mauvaise imprégnabilité chez certains bois tel que le duramen de Douglas.

A ce titre on peu citer en premier lieu la mauvaise imprégnabilité liée aux extractibles intrinsèques du bois.

La perméabilité du bois dans les cernes fraichement formés est très élevée. Cependant, avec l'âge, ces mêmes cernes se durmanisent (figure I.31) et les extraits viennent se déposer dans le

lumen des cellules et au niveau des membranes des ponctuations. Ces extraits tendent à bloquer la circulation des fluides dans le bois de cœur et ainsi la différence de circulation dans l'aubier et le duramen s'explique (Polge, 1982).

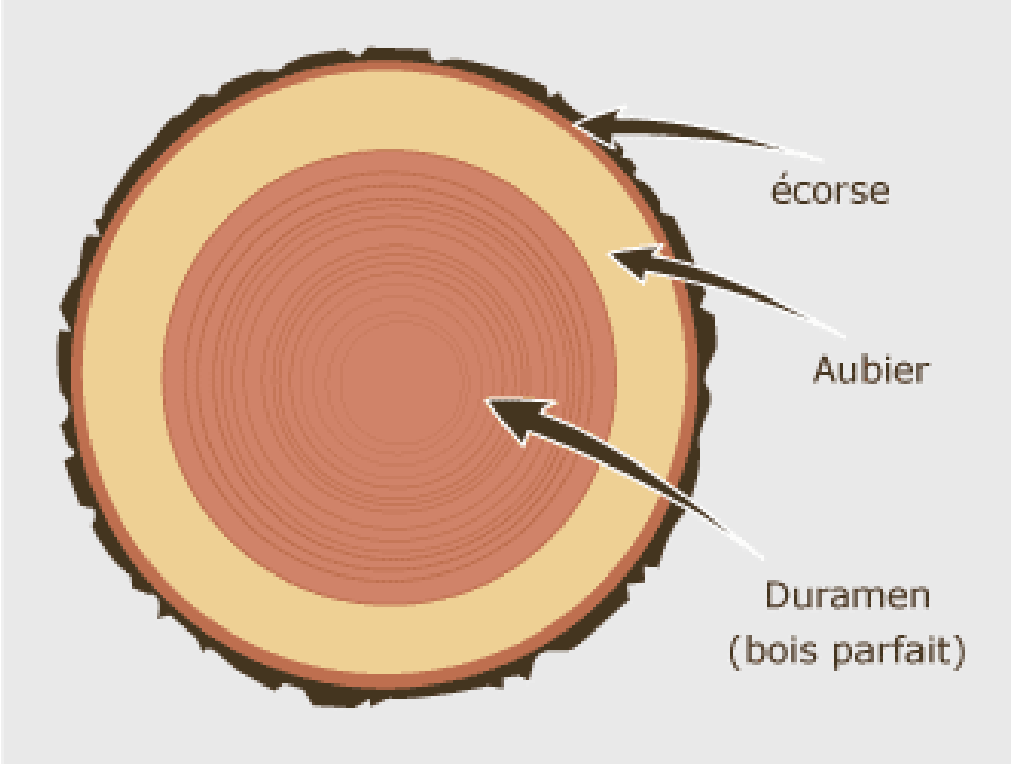


Figure I 31. *Coupe transversale d'un bois résineux*
Source : (http://www.golfe-bois.com/durabilite.php)

La nature chimique de la paroi cellulaire (cellulose, hémicelluloses et lignine) et la chimie des extraits dans l'aubier et dans le duramen peuvent être la cause de la différence de comportement du bois face aux liquides dans ces deux zones. Le caractère hydrophobe de certains bois est dû essentiellement à leurs extraits naturels. Ces substances chimiques élaborées lors de la duraminisation jouent un rôle important dans la mouillabilité du bois et influencent fortement le bilan énergétique de sa surface.

Une seconde source d'explication peut-être la mauvaise imprégnabilité liée à l'aspiration des ponctuations aréolées.

Il s'agit de la fermeture définitive d'un pourcentage élevé de ponctuations aréolées après la duraminisation (figure I.32). Les ponctuations représentent le système de communication principal des trachéides. Chez le Douglas, leur diamètre vari de 16 à 21 µmm (figure I.33). Ces dernières sont les plus représentées chez les résineux, avec environ 90 % de l'ensemble des cellules du bois (Keller, 1994). Les ponctuations ouvertes servent aux mouvements des substances de cellule à cellule. Dans le bois de cœur, certaines ponctuations semblent interrompre le transit et se ferment par aspiration surtout au niveau du bois initial (Panek et Reinprecht, 2008). Le torus peut se plaquer contre l'une des ouvertures de la ponctuation et perd définitivement de sa souplesse, dans ce cas on parle de ponctuation obturée (voir paragraphe I.1.7.3).

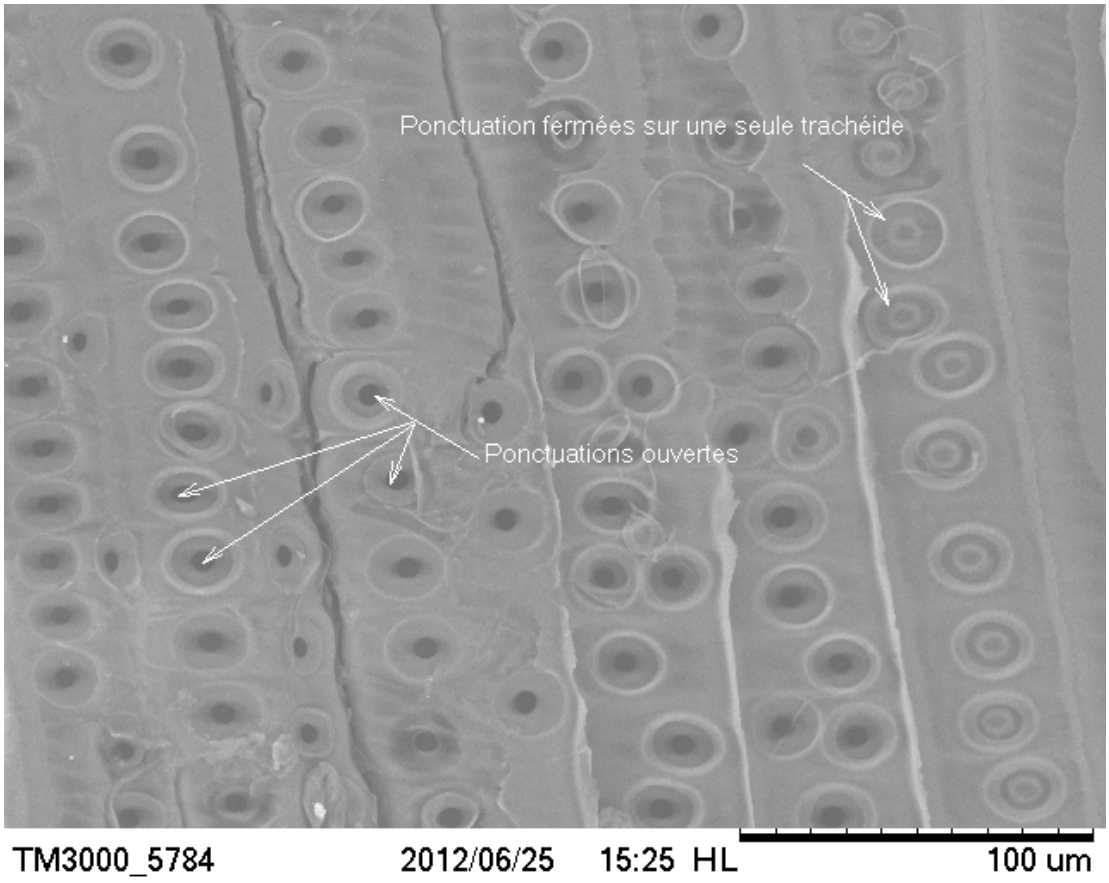


Figure I 32. *Ponctuations sur plan radial longitudinal, résineux/Douglas (Elaieb et al, 2012)*

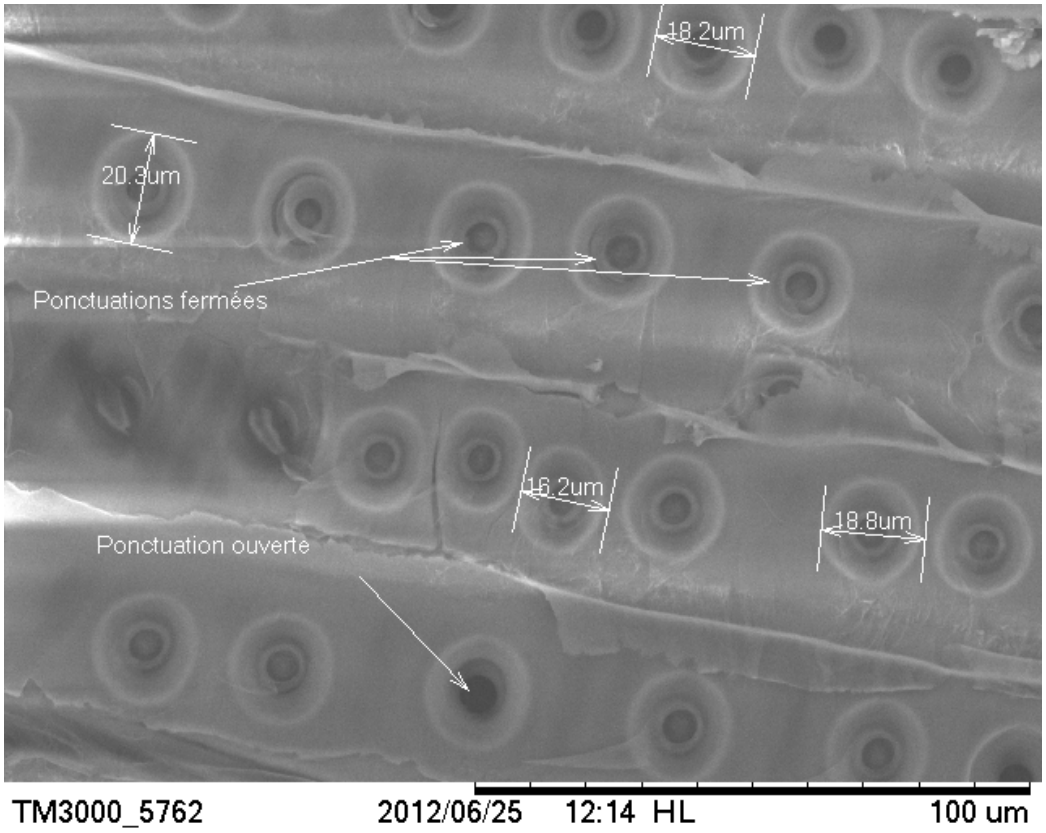


Figure I 33. *Ponctuations des trachéides, résineux/Douglas (Elaieb et al, 2012)*

L'aspiration des ponctuations commence généralement après l'abattage de l'arbre et continue au cours du séchage. En effet, l'eau et la sève sont transportées sous tension dans les trachéides. Cette tension est maintenue par le potentiel hydrique du xylème qui varie considérablement selon les conditions environnementales et les espèces. Les trachéides peuvent entrainer le dysfonctionnement du xylème, causé par un phénomène d'embolie de l'air suivie d'une cavitation. Cette dernière est induite par le stress hydrique (Tyree et Sperry, 1989 cité par Cochard, 1992).

D'après Cochard (1992), la vulnérabilité à l'embolie est liée à la perméabilité du xylème. Lorsque le déficit en eau se produit dans une branche, les tiges les plus grandes sont tendance à subir la cavitation avant les plus petites.

I.2.3. Les procédés d'étuvage du bois avant déroulage

Le comportement du bois, soumis à des variations hygrométriques, peut entraîner des modifications structurelles très importantes, par là même, une modification de son pouvoir

d'être pénétrée par un liquide. Si l'humidification est couplée à la température, on parle de chauffage du bois ou traitement hygrothermique (bouillotage ou étuvage) qui est souvent pratiqué avant l'opération de déroulage ou de tranchage des grumes.

Exposé à de fortes températures et à une grande humidité, le bois subit au cours de ce processus, des transformations chimiques qui se déroulent dans ses cellules en changeant de couleur. L'étuvage est apparu vers 1911 pour faciliter uniquement l'ecorçage afin d'éviter les bourrages au niveau de la barre de pression de la dérouleuse. Par la suite l'étuvage s'est imposé pour la plupart des essences en tant qu'opération dimunuant les efforts de coupe et l'usure des outils (Kivimaak 1950, Palka 1973, Gerhards 1982), limitant les fissurations, améliorant l'état de surface des placages (Lutz 1974, Baldwin 1981, Thibaut 1988, Mothe 1988), fluidifiant les poches de résines très abrasives, ramolissant les nœuds, homgénéisant l'humidité dans le billons (Fleischer 1959)., accélèrant le séchage des placages (Lutz 1974, Simpson 1976). et enfin l'augmentant la stabilité dimensionnelle des bois (Kubler 1977) et leur préservation (Mc Lean 1946). L'étuvage permet également de faciliter certaines opérations telle que le cintrage (Frêne, Orme, Chêne, Hêtre, etc.), la stérilisation et le dessévage (opération est pratiquée préalablement au séchage sur des bois qui viennent d'être sciés).

Le milieu chauffant utilisé dans l'étuvage est généralement l'eau, le plus souvent liquide mais parfois sous forme de vapeur. Pour chaque essence et chaque usinage, la température optimale et la durée de l'étuvage sont choisis suivant les impératifs de la production.

Parmi les inconvénients de l'étuvage, on peut citer les changements de couleur, l'apparition de fentes en bout et à cœur (Fleischer 1959, Kubler 1977, Movassaghi *et al*.1986) et l'apparition d'une surface pelucheuse (conséquences d'une surchauffe).

I.2.4. Les modes de propagation de la chaleur dans le bois durant l'étuvage

Les principaux facteurs physiques intervenant dans la propagation de la chaleur dans le bois sous étuvage sont :

- Le gradient de température entre le milieu chauffant et le bois (Fournier 1976, Mc lean 1946, Fleischer 1959, Feihl 1972).
- Le taux et la répartition de l'humidité dans le bois (Rosen 1976, Mc Lean 1946).

- La densité : la vitesse de chauffe varie inversement à la densité sèche du bois (Mc Lean 1946) et parallèlement à la densité « verte » (pas ou peu d'« effet essence », Feihl 1972). Mais la température optimale est d'autant plus forte que la densité sèche est élevée.
- L'orientation des fibres du bois : Selon Mc Lean 1946, la chaleur se propage de 2.25 à 2.75 fois plus rapidement dans le sens longitudinal que transversal et augmente avec le carré du diamètre. Ceci a été repris par la plupart des auteurs.
- Le milieu chauffant : En général, l'eau est choisie comme milieu chauffant vu sa présence abondante dans le bois. En fait, il ne semble pas y avoir de différence significative entre le chauffage par l'eau liquide ou vapeur. Toutefois, Mc Lean a rapporté en 1946 un chauffage plus rapide avec la vapeur d'eau que l'eau liquide à température égale, contrairement à Feihl (1972) qui a observé un effet inverse. Par ailleurs, d'autres milieux chauffants ont été expérimentés tels que l'air chaud ou le sable chaud (Filipovici 1965).
- La perméabilité des bois générée par des attaques bactériennes dans certaines conditions de stockage (Lutz 1974).

Les différents modèles du transfert de la chaleur font appel aux théories de la diffusion (Kollmann et Cote 1968, Fournier 1976, Stamm 1973, Rosen 1976) et de la capillarité (Kollmann et Cote 1968, Hergt et Christensen 1972, Hossfeld 1972, Stamm 1973, Rosen 1976).

On relève dans la littérature plusieurs éléments pour l'établissement d'un plan de chauffe (Mc Lean 1946, Fleischer 1959, Villiere 1963, Filipovici 1965, Feihl 1972) ainsi que des dispositifs industriels différents tel que la bouilloteuse (Feilhl1972, L.P.F.E 1973, Lutz 1974, Kullmann 1962, Villiere 1963, Filipovici 1965, Baldwin 1981), ou également des dispositifs expérimentaux tel que le chauffage électrique (Lutz 1960), le jet de vapeur d'eau pendant la coupe en avant du couteau (Walsen 1974), le forçage d'eau chaude et de vapeur d'eau (Kubinski et Sodor 1968) ou l'autoclave (Deliski 1979).

I.3. Les enjeux de l'imprégnabilité et de la perméabilité du bois : importance et application

I.3.1. Perméabilité et imprégnabilité

La perméabilité est la propriété d'un corps ou d'un milieu solide comme un sol, une roche, à laisser pénétrer un fluide, liquide ou gaz sous l'effet d'une différence de potentiel comme un écart de pression.

Elle reçoit des qualitatifs relatifs à son ordre de grandeur (perméabilité élevée, faible), aux rapports entre la structure du milieu (anisotropie) et direction moyenne du flux (perméabilité directionnelle, horizontale, verticale…) ou encore à l'état de saturation du milieu (perméabilité relative d'un milieu non saturé).

L'étude de la perméabilité du bois dans ses trois directions d'anisotropie a montrée :

- Très forte anisotropie (rapport de 100 à 1000 entre la direction longitudinale et la direction radiale)
- Très forte hétérogénéité macroscopique (rapport de 1 à 100 pour la perméabilité entre aubier et duramen) ;
- Très forte hétérogénéité microscopique (fibre, trachéides, bois initial et bois final) ;

Ceci est lié à la structure complexe du bois, qui est moins accentuée chez les résineux que chez les feuillus, sachant que la perméabilité calculée à partir de mesures expérimentales sur le bois dépend de la longueur de l'échantillon, remettant en cause la notion de paramètre intrinsèque (Siau 1984, Karimi 1995 in Ghazil 2010).

Alors que l'imprégnabilité est considérée comme la quantité de liquide qui peut imprégner un solide exprimée en $m^3.kg^{-1}$. En milieu industriel surtout dans le domaine de la préservation du bois Il ya toujours une confusion entre perméabilité et imprégnabilité, mais on peut dire que l'imprégnabilité augmente avec la perméabilité et que tout matériau perméable est généralement imprégnable.

Comme les autres propriétés du bois, l'imprégnabilité diffère d'une part selon la direction anatomique (direction d'anisotropie), d'autre part suivant un certain nombre de facteurs structurels, entrant en jeu : densité, anatomie….

Dans la norme EN350-2, une classification à 4 niveaux d'imprégnabilité est utilisée (Ghazil, 2010) :

Niveau 1 : imprégnable

Niveau 2 : moyennement imprégnable

Niveau 3 : peu imprégnable

Niveau 4 : Non imprégnable

Il n'ya pas d'essais normalisé de l'évaluation de l'imprégnabilité. Les informations données découlent de constatations générales rencontrées lors de l'application de traitement vide pression en autoclave. Les données de la norme EN250-2 concernant le Douglas figure dans le tableau I.2

Tableau I. 2. Imprégnabilité du Douglas

Niveau d'imprégnabilité	
Duramen	Aubier
4	1

I.3.2. Importance de l'imprégnabilité dans certains traitement du bois

L'imprégnabilité du bois aux liquides joue un rôle primordial dans certaines techniques du traitement du bois tel que la préservation, la fabrication de la pâte, ou encore dans l'opération d'étuvage (bouillotage) avant déroulage. Le temps et les conditions du traitement sont conditionnés par l'imprégnabilité, ce qui en fait un facteur crucial pour la qualité du produit final.

Le bois est un matériau composite naturel, utilisé depuis fort longtemps dans de nombreuses applications qui peut subir des agressions climatiques physiques, chimiques et biologiques lorsqu'il est utilisé en extérieur. Les polymères lignocellulosiques étant responsables de la plupart des propriétés physiques et chimiques du bois, leur dégradation entraîneront une altération des propriétés naturelles.

L'imprégnation des bois à faible imprégnabilité est extrêmement difficile essentiellement lors de l'injection des conservateurs et des résines ou tous simplement de l'eau. Dans l'industrie

des pâtes à papier, la faible perméabilité du bois peut s'opposer à la pénétration des produits chimiques en profondeur et en quantité suffisante et obliger le recours à des copeaux de plus petite dimension, conséquent d'une plus grande utilisation de produits chimiques et une hausse de la consommation d'énergie.

L'amélioration de l'imprégnabilité des essences réputées difficilement imprégnables est d'un grand intérêt d'une part pour les industries de déroulage puisque ceci réduit le temps d'étuvage (bouillotage) et d'autre part pour les industries de la deuxième transformation puisque ceci retentit sur la durabilité de leur produit fini. Cette amélioration permet un gain en énergie et en matière ligneuse très important et peut relancer l'économie de la filière de bois en augmentant l'utilisation de bois indigènes de qualité moyenne ou de durabilité naturelle faible.

I.3.3. Les techniques d'imprégnation

L'imprégnation du bois a généralement pour objectif de preserver le bois, c'est-à-dire lui conférer une protection contre les agents Pathogène biotiques (insectes, champignons) et abiotique (soleil, lune, pluie).

Les méthodes d'imprégnation du bois sont multiples. La plus simple des méthodes est le badigeonnage qui consiste à appliquer le produit au pinceau. Ensuite, le trempage permet une application plus homogène. Ces deux méthodes sont des traitements superficiels du bois.

I.3.3.1. Imprégnation par trempage

Le bois est simplement plongé dans un bac de traitement (figure I.34). Le produit pénètre sous pression atmosphérique à l'intérieur du bois. L'éfficacité de ce traitement dépend énormement des caractéristiques du bois traité et de la classe de son imprégnabilité.

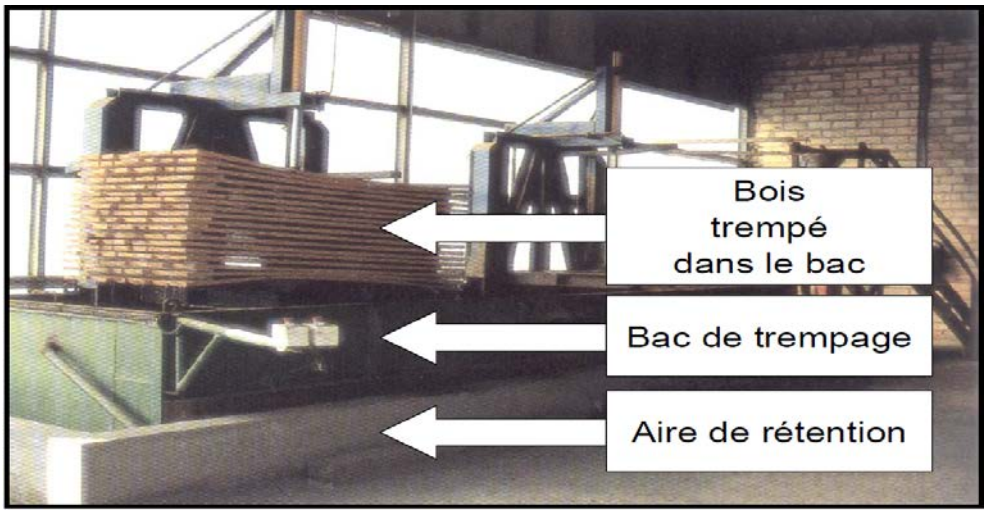


Figure I 34 : *Traitement du bois par trempage*

I.3.3.2. Imprégnation par procédé boucherie

Cette technique nécessite une certaine pression générée par la gravité du liquide. La sève à l'intérieur du bois fraichement abattu est substituée par le produit de traitementdéversé depuis une certaine hauteur.

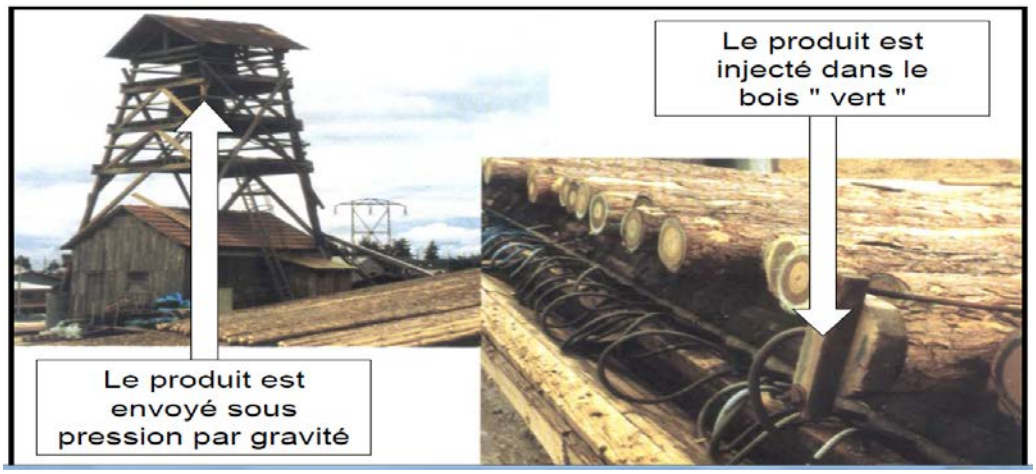


Figure I 35 . *Traitement par boucherie*

I.3.3.3. Imprégnation par autoclave

Ce traitement est le plus efficace quand à la pénétration du produit à l'intérieur du bois. Mais il nécessite plus d'énergie par rapport aux deux premières techniques (plus couteux). Il s'agit de mettre le bois dans une grande enceinte(autoclave) et d'appliquer dans un premier temps un vide initial afin d'enlever l'air des cavités du bois. Puis on procède à un remplissage de

l’autoclave sous vide, par le produit. Après cette étape, une vidange de l’autoclave est effectué puis un vide final appelé «de propreté »est appliquésur l’ensemble.

Figure I 36. *Imprégnation par autoclave (http://www.rolam.ro/fr/traitement-et-impregnation-du-bois)*

I.4. Mécanismes de transport de l’eau dans le bois

La qualification d’une imprégnation du bois par des produits de préservation ou simplement par l’eau, dépend généralement des caractéristiques des produits à s’introduire dans le bois et du pouvoir d’adhésion ou de rétention de ces produits dans le bois, autrement dit : à quelle profondeur le produit pénètre-t-il et si la pénétration est uniforme ou non dans les différentes types de cellules.

Rappelons que le déplacement d’un liquide dans le bois dépend principalement de ces quatre facteurs:

- La structure du bois
- La teneur en eau du bois
- Les propriétés physiques et chimiques des substances transportées
- Les forces motrices de pression, de diffusion ou d'autres.

Etant un matériau d’origine biologique, le bois est conçu pour se développer dans un environnement humide. Sa structure est formée dans un environnement saturé en eau (dans l'arbre sur pied). L'eau dans l’arbre vivant confère au bois un caractère élastique et lui permet de résister aux contraintes de l’environnement tel que les vents forts.

Après l'abattage, le bois doit être séché pour être utilisé. Mais malgré son séchage, le bois conserve ses propriétés biologiques en tant que matériau hygroscopique qui établit des relations d'équilibre avec le milieu où il sera posé. Les dimensions du bois et les propriétés mécaniques, élastiques et thermiques dépendent de la teneur en humidité.

Le bois est également anisotrope (trois axes d'anisotropie sont définis), ce qui signifie que ses propriétés varient selon sa direction de croissance longitudinale, tangentielle ou radiale. Les propriétés relatives à la migration de l'eau dans le bois dépendent beaucoup de la teneur en humidité et de la direction de la croissance.

I.4.1. Humidité du bois

L'humidité dans le bois existe sous deux formes. La première forme est en eau libre se trouvant dans les cavités cellulaires ou lumens, les espaces intercellulaires, les ponctuations où elle circule librement. La deuxième présente dans la paroi cellulaire est appelée eau liée, eau sorbée ou eau hygroscopique, cette eau est très difficile à séparer du bois. La teneur en humidité du bois vert nous renseigne sur la quantité d'eau (libre et liée) dans l'arbre sur pied, elle est souvent exprimée en pourcentage du poids anhydre du bois (équation 1). La teneur en humidité du bois à l'état vert varie d'une espèce à l'autre (de 50 % à plus de 200 %), et étroitement liée avec la densité.

$$H(\%) = [(M_h - M_0)/M_0] \times 100 \qquad (1)$$

Avec : M_0 : poids de l'échantillon anhydre en kg

M_h : poids de l'échantillon humide en kg

H(%) : Humidité en %

Un bois avec une humidité de 230% (cas du peuplier fraîchement abattus) contiendra donc 230 kg d'eau pour 100 kg de matière sèche.

Les autres méthodes permettant de quantifier l'humidité dans le bois sont :

- La mesure de la résistance électrique du bois, cette méthode est fiable que lors que le bois est à un taux d'humidité inférieur à 25 % (Siau, 1984),
- La mesure par la densitométrie radiologique (Polge, 1966). La différence d'adsorption entre radiographies d'un échantillon humide et anhydre permet d'accéder, après étalonnage, à la répartition de la teneur en (Quéméré, 1982),

- La mesure de l'attenuation d'une source de rayon gamma à l'aide d'un compteur de photons (Perré, 1987),

- La mesure par tomographie à rayon X, méthode récemment développé à l'INRA – Champenous par le Laboratoire d'Etude des Ressouces Forêt-Bois (LERFoB) (Freyberger *et al*, 2009).

Ces deux dernières techniques sont très performantes car non destructives. Cependant, les rayons X sont plus commodes à utiliser que les rayons gamma.

Placé dans une ambiance à humidité relative comprise entre 0 et 99 %, le bois se stabilise à une humidité dite « d'équilibre hygroscopique ». Cette eau hygroscopique est absorbée sur les fonctions hydroxyles des constituants chimiques de la paroi cellulaire (hémicellulose, cellulose, lignine, classés ici par ordre décroissant d'affinité pour l'eau). L'énergie de liaison des molécules d'eau à la matrice solide (liaisons hydrogène ou forces de VAN DER WAALS) est de l'ordre de 20 joules par mole (Bary-Lenger *et al*, 1999).

Jusqu'à un taux d'humidité du bois de 5 à 6 %, l'eau est adsorbée en couche monomoléculaires. Au dessus de ce taux, les nouvelles couches de molécules d'eau s'adsorbent successivement en s'attachant sur la première jusqu'au point de saturation des fibres (PSF) (Feuillat, 1996).

Le PSF définit la limite supérieure du domaine hygroscopique, pour la quelle les parois cellulaire sont saturées alors que les lumens sont encore vides. Nombreuses propriétés varient en fonction de la valeur du PSF (retrait-Gonflement, résistance mécaniques,….).

Les courbes d'équilibre entre la teneur en eau du bois et l'humidité relative de l'air pour une température donnée sont les isothermes de sorption (figure I.37). Les différences de capacité de sorption entre les différentes espèces ligneuses peuvent être associées à des variations de la composition chimique du bois en particulier du taux d'extractibles (Wangaard et Granados, 1967 in Feuillat, 1996). L'humidité d'équilibre dépend aussi largement de l'histoire du matériau. Ainsi, la première désorption présente un caractère nettement différent par rapport aux désorptions suivantes.

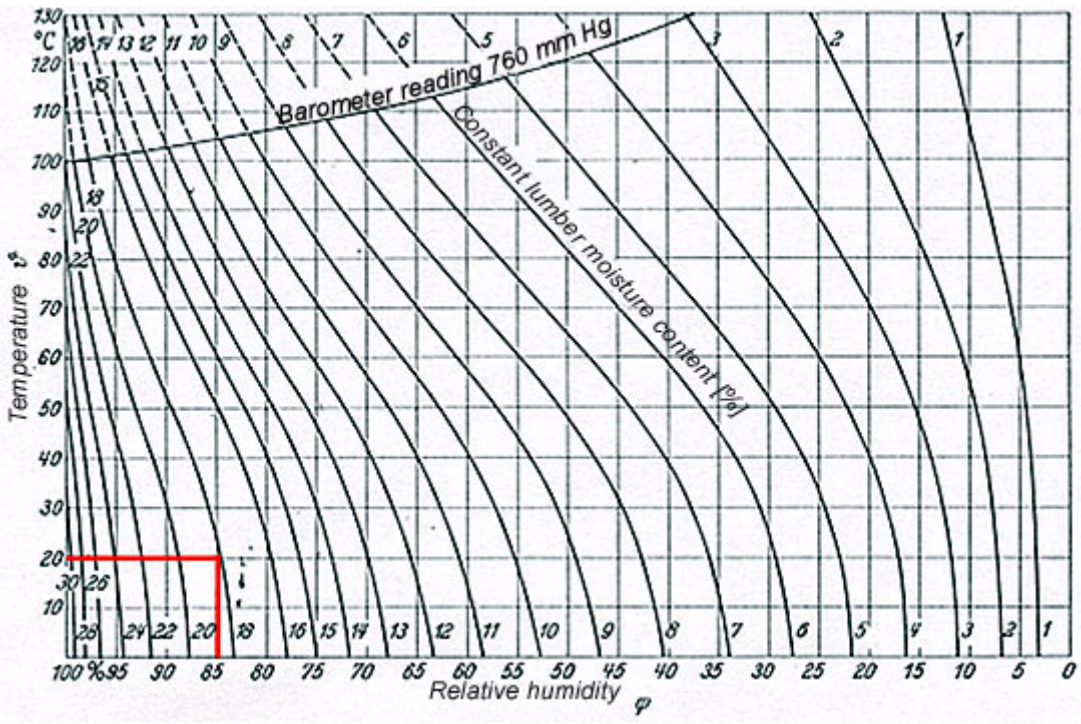


Figure I 37.*Exemple d'isothermes de sorption (bois de pin) dans le plan température-humidité (source : TCI)*

Au dessus du PSF (humidité de l'air est supérieur à 99 %, bois immergé dans l'eau par exemple), l'eau remplit les cavités cellulaires. Cette eau est retenue par des forces d'origine capillaire résultat de l'interaction entre les molécules d'eau et la surface du bois. Dans le cas d'un capillaire d'un diamètre petit, l'attraction entre les molécules des parois et du liquide peut devenir plus importante que celle des molécules du liquide entre elles, avec le résultat que la surface devient incurvée, formant un ménisque concave vers la phase vapeur (figure I.38). Cette incurvation a pour effet que les tangentes de deux points voisins de la surface ne sont pas colinéaire, mais forment un angle plus grand que 180° vers la phase liquide. Une molécule en surface du liquide est donc sujette à une attraction plus forte que dans le cas d'une surface plane, ce qui se traduit macroscopiquement par une réduction de la pression partielle de vapeur (in Kaumann, 1983, in Feuillat, 1996).

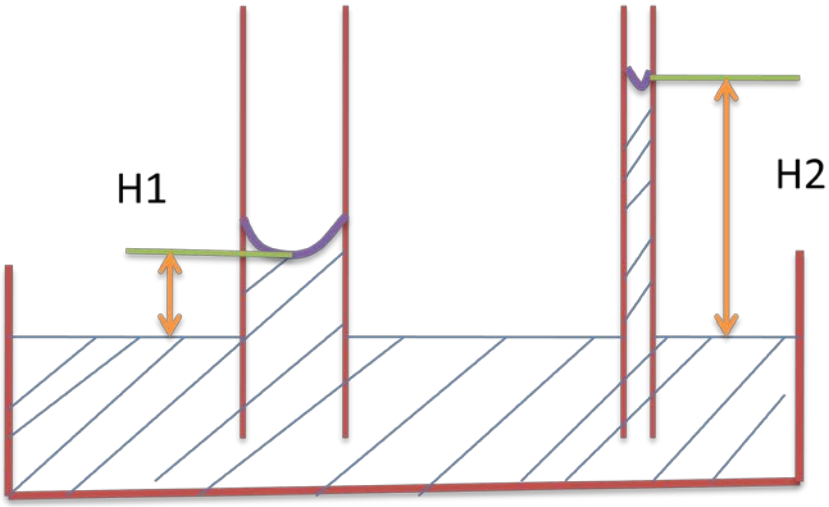


Figure I 38. *Effet de rayon de courbure du ménisque sur la valeur de la pression capillaire* (d'après Perré, 1992 in Feuillat, 1996)

Dans le bois, l'eau se déplace par l'intermédiaire de nombreux chemins. Les principaux sont les cavités dans les cellules (figure I.39), les chambres de ponctuation et les ouvertures de membrane de ponctuation dans les parois cellulaires au niveau de la marge (figure I.40)

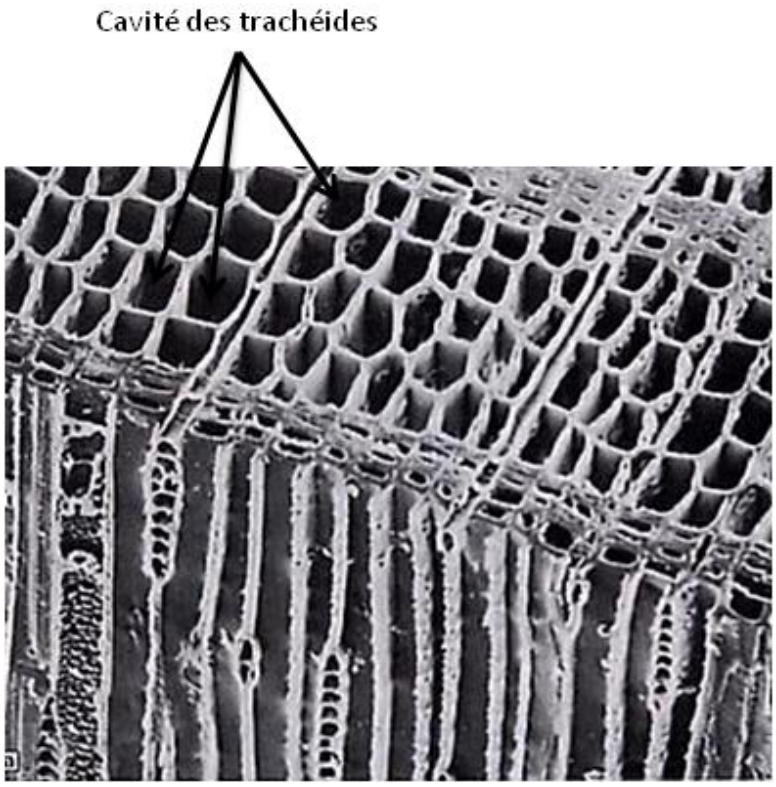


Figure I 39. Cavité des trachéides

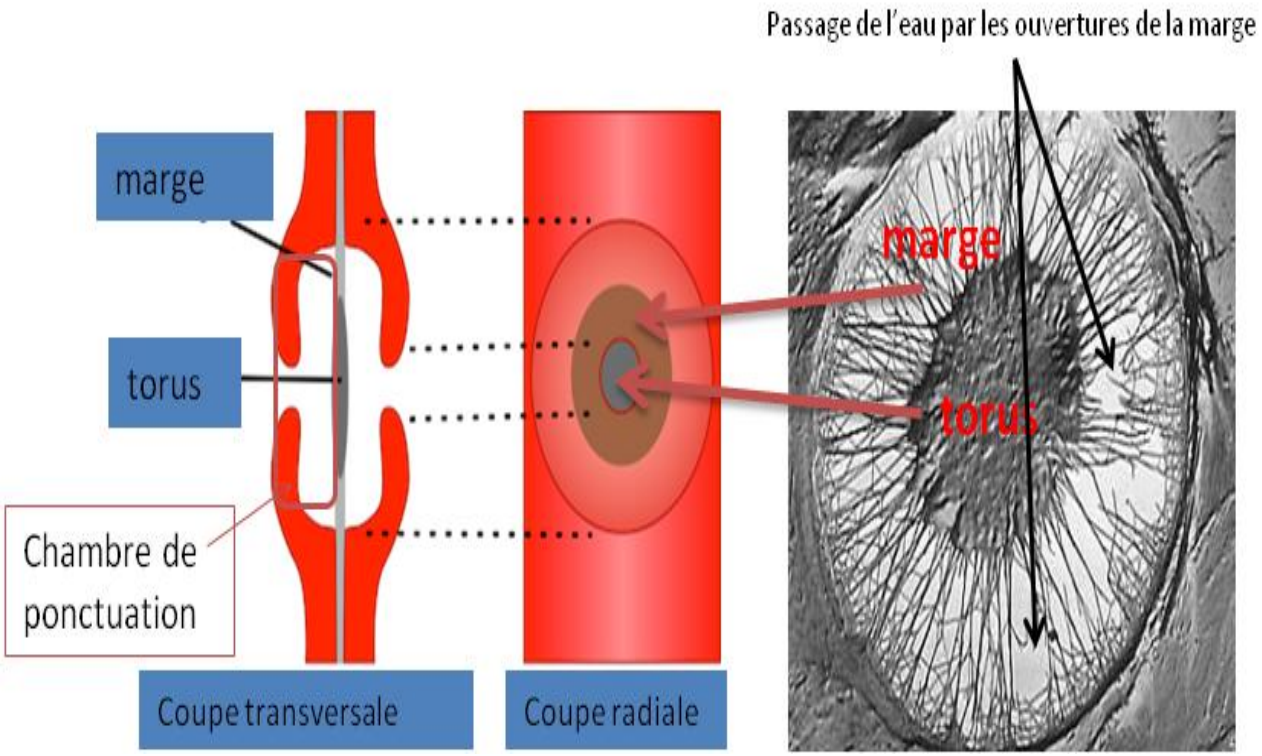


Figure I 40 . *Chemins de déplacement de déplacement de l'eau dans le bois*

Le mouvement de l'eau dans ces passages a lieu longitudinalement dans les cellules et latéralement de cellule à cellule par l'intermédiaire des membranes de ponctuation (figures I.17 à I.25) Le transport convectif d'un fluide au sein du bois ne peut exister que si les espaces vides sont interconnectés par des ouvertures. Le transport au travers des parois des cellules est négligeable (Wiedenbeck, 1990). Pour les résineux, le transport de l'eau se fait dans les trachéides, mais les canaux résinifères peuvent être la voie principale du flux pour le bois séché (figure I.41). Pour l'ensemble des essences, le flux convectif longitudinal pendant le séchage ou pendant l'humidification du bois, est limitée par la taille, le nombre et l'état des paires de ponctuations (ouvertes ou fermée) situées entre deux trachéides ou deux vaisseaux voisins.

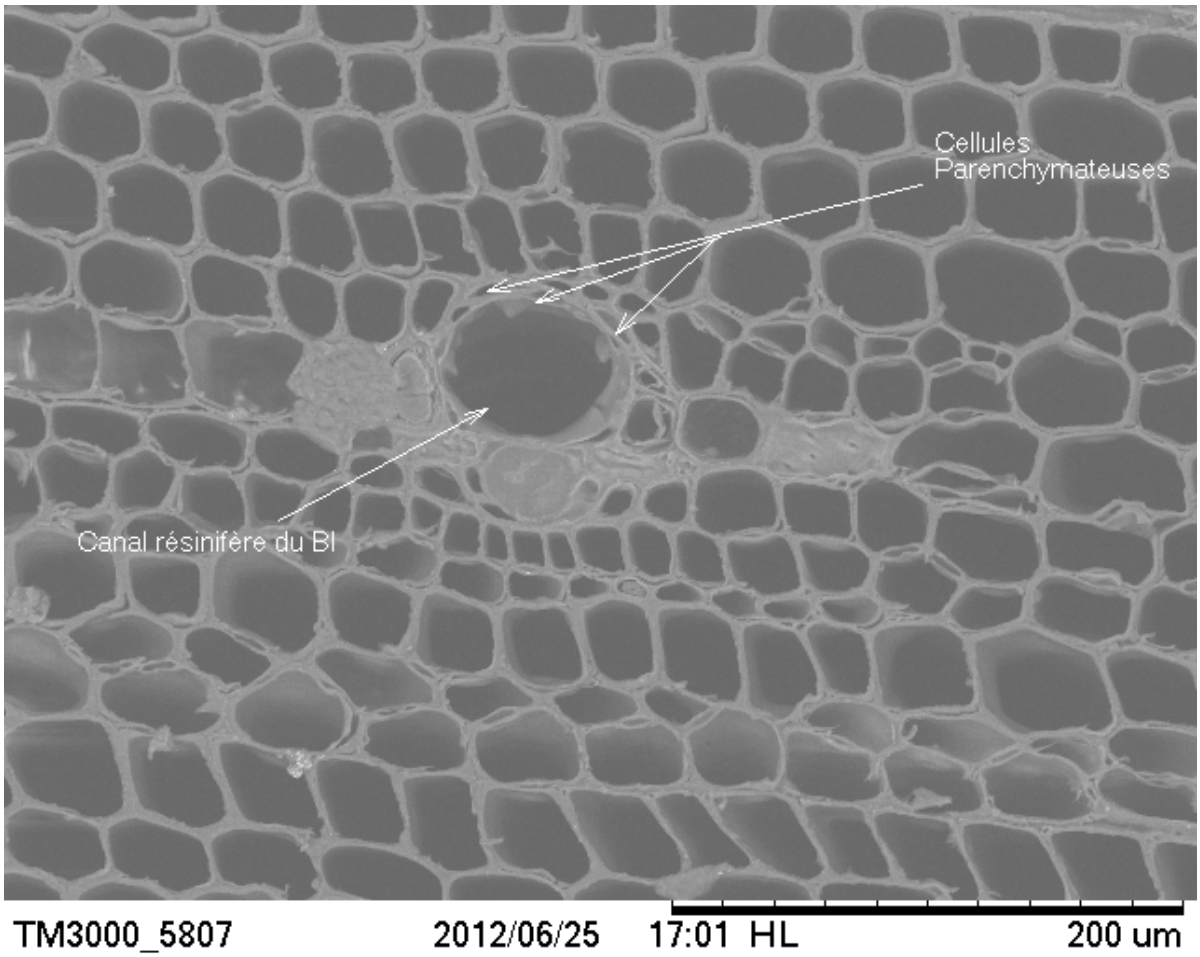


Figure I 41. *Canal résinifère en coupe transversale dans le bois de printemps (BI) d'un Douglas*
(Elaieb et al., 2012)

I.4.2. Différences de potentiels

Le transport de l'eau dans le bois est due aux diverses différences de potentiel (Stamm, 1959). Quelques exemples de différence de potentiels sont cités ci-dessous.

- **Une différence de pression totale** : Elle impose à l'eau libre de se déplacer dans les cavités cellulaires, les chambres de ponctuation et les ouvertures de membrane de ponctuation. La différence de pression due aux forces de capillarité peut provoquer le mouvement de l'eau dans les capillaires.

- **Une différence d'humidité relative (différence de concentration d'eau libre)** : Ce phénomène concerne l'eau à l'état vapeur. Le transport a lieu dans les cavités cellulaires, les chambres de ponctuation, les ouvertures de membrane de ponctuation

et les espaces intercellulaires des régions d'humidité élevée vers les régions de plus faible humidité (du haut potentiel vers le potentiel bas).

- **Une différence d'humidité en phase adsorbée (différence de concentration d'eau liée)** qui suppose un mouvement de l'eau liée vers des régions de plus faible humidité au sein des passages à l'intérieur des parois cellulaires.

I.4.3. Porosité

Un paramètre important décrivant un milieu poreux est la porosité (ε) qui est définie comme le rapport entre le volume des pores V_p (lumens cellulaire essentiellement) et le volume total V de solide.

$$\varepsilon = \frac{V_p}{V} \qquad (2)$$

Les trachéides du bois initial constituent les principaux éléments « poreux » du plan ligneux des résineux tel que le Douglas. A l'échelle du cerne, la structure hétérogène du bois du Douglas se traduit par une succession de couche à forte porosité, le bois initial (gros lumen des trachéides) et de couche de porosité à porosité plus faible, le bois final dans le quel la paroi des trachéides s'épaissie et le lumen se réduit de volume. La texture (rapport entre la largeur du bois final et la largeur du cerne) est un moyen commode pour apprécier la porosité d'un bois (Venet, 1967 in Feuillat, 1996).

La porosité est une condition nécessaire pour qu'un corps soit perméable mais la réciprocité n'est pas toujours vraie. La perméabilité n'est due qu'à la porosité connectée (Coussy, 1991). Qui caractérise le nombre de pores voisins ouvertes pour un pore donné (nombre des pores bouchés).

Une perméabilité élevée exige une grande porosité mais l'inverse n'est pas vrai. Le désordre géométrique est un caractère essentiel des milieux poreux. Cela empêche toute trajectoire en ligne droite incluse dans le volume des pores. On peut alors définir une tortuosité(τ), qui représente le caractère non rectiligne des trajectoires. Dans un échantillon de longueur L, un canal qui traverse l'échantillon de part et d'autre peut avoir une longueur effective $L_e > L$ du fait d'une certaine tortuosité (Figure I.42). La tortuosité est définie comme le rapport entre ces deux longueurs.

$$\tau = L_e/L \qquad (3)$$

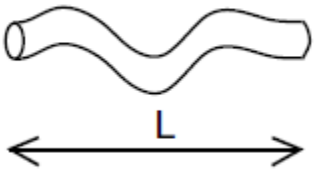


Figure I 42. *Modèle de capillaire tortueux*

La description du flux convectif d'un fluide au sein d'un milieu poreux est souvent basée sur l'utilisation de la loi de Darcy.

I.4.4. Loi de Darcy

La loi de Darcy s'applique à un milieu poreux homogène et isotrope parcouru par un écoulement à faible vitesse. La section considérée est totalement imbibée, c'est-à-dire que le volume des pores est entièrement rempli de fluide. Avec ces hypothèses, la vitesse moyenne de l'´écoulement est :

$$v_f = -\frac{k}{\mu}\frac{\Delta P}{L} \qquad (4)$$

Avec μ la viscosité dynamique (unité) du fluide, ΔP/L le gradient de pression (unité) appliqué à un échantillon de longueur L, et k la perméabilité du milieu poreux.

Il est important de noter que ce paramètre est indépendant de la nature du fluide. Il ne dépend que de la structure du réseau de pores du matériau.

La vitesse du fluide (unité) dans les pores, appelée vitesse interstitielle est définie par :

$$v_i = \frac{v_f}{\varepsilon} \qquad (5)$$

Lorsque la loi de Darcy est appliquée au bois, on observe des écarts car les hypothèses de la loi ne sont pas nécessairement vérifiées.

La relation entre la vitesse et le gradient de pression n'est pas toujours observée car les pores dans lesquels circule le fluide ne sont pas rectilignes et indépendants. Ils sont tortueux, interconnectés et la présence de ces singularités augmente le gradient de pression nécessaire pour assurer l'écoulement du fluide pour une vitesse donnée. Le bois n'est pas isotrope et il faut distinguer les perméabilités dans les trois directions orthotropiques du matériau. Enfin, en présence d'eau, l'absorption des groupements hydroxyles sur le bois peut modifier la

géométrie des cavités et des ponctuations et donc la migration de la phase gazeuse dans le domaine hygroscopique.

Pour certains auteurs, la loi de Darcy est bien vérifiée dans le cas du bois (Sucoff, 1965 ; Resch et Ecklund, 1964). En revanche, Bramhall (1971a, 1971b) indique que la loi ne s'applique qu'aux essences très perméables.

I.5. Facteurs influençant l'imprégnabilité du bois

Dans le cas de l'étuvage du bois par bouillotage, la structure du bois (direction d'anisotropie, aubier, duramen, bois de cœur, bois adulte, bois initial, bois final, bois juvénile et humidité résiduelle) et la nature du fluide, influencent énormément le processus d'imprégnation.

I.5.1. Nature du bois dans l'arbre

I.5.1.1. Aubier, duramen et duraminisation

La structure anatomique du bois influence fortement le mécanisme de migration/déplacement de liquide. Cette structure révèle une variabilité du matériau selon l'essence, la provenance et la partie considérée de l'arbre (aubier (partie vivante de l'arbre responsable de la conduction de la sève), duramen (ou bois de cœur, c'est la partie morte de l'arbre qui joue le rôle de soutien mécanique), bois de réaction (bois qui se développe dans l'arbre sous des contrainte de croissance) etc (voir I.1.7).

La duraminisation est définie comme un processus physiologique au cours duquel les couches internes de l'aubier se transforment en duramen ou bois parfait formé seulement de cellules mortes. La duraminisation se produit dans la zone de transition (figure I.43), qui est sujet à une forte activité enzymatique avant la mort biologique des cellules de parenchyme Elle s'accompagne de la disparition de composés carbohydratés, principalement dans l'aubier et la synthèse des extractibles (métabolites secondaires) qu'on retrouve dans le duramen et qui influencent fortement la couleur du bois et la durabilité naturelle (Polge, 1982).

Chez certaines essences, dites essences à aubier différencié, telles que le Douglas, le bois de duramen est coloré. Il est nettement distinct de la couronne d'aubier qui est de couleur plus claire. En accompagnant la transformation de l'aubier en bois de cœur, cette partie subit des modifications aussi bien chimiques (dépôt de substances phénoliques, disparition de l'amidon) que physiques (blocage des ponctuations aréolées). Ces transformations

physico-chimiques constituent un obstacle ralentissant plus au moins la vitesse de l'imprégnabilité du bois.

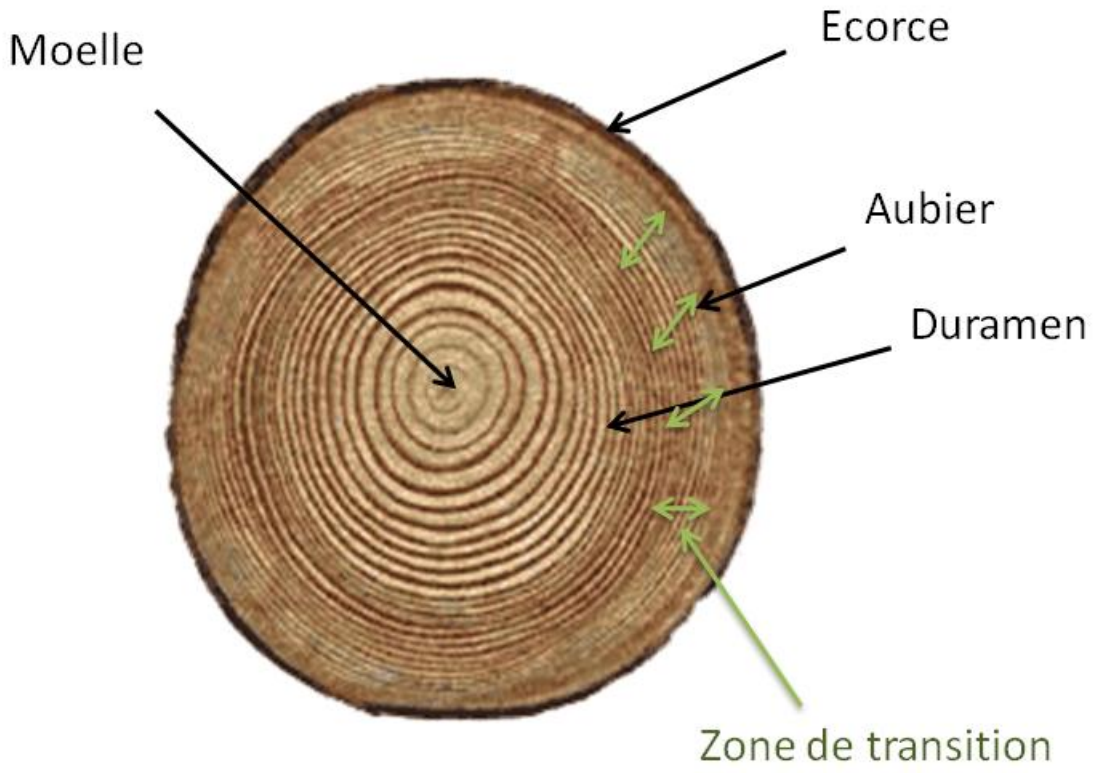


Figure I 43. *Coupe transversale d'un tronc de Douglas montrant la zone de transition*

Lors de la duraminisation, les changements structuraux conduisent, aussi bien chez les résineux que chez les feuillus, à une diminution de la perméabilité du duramen par rapport à celle de l'aubier. Les indicateurs de la formation du duramen sont la coloration du bois, en lien avec une imprégnation naturelle par des substances extractibles, un changement de l'humidité, une dégradation de l'amidon et la mort des cellules de parenchymes. De plus, la diminution des voies de circulation de la sève, qui peuvent se fermer ou se boucher, rendent le bois duraminisé difficilement imprégnable voire étanche. La duraminisation explique ainsi certaines caractéristiques essentielles des essences, à savoir la durabilité naturelle et l'imprégnabilité.

Le duramen n'est pas vital pour l'arbre, il peut même manquer suite à une dégradation biologique (cas des arbres creux). Il est intéressant de noter que dans l'arbre sur pied l'aubier, grâce à son parenchyme vivant, est réactif et moins dégradé que le duramen. Chez l'arbre sur

pied, le phénomène de compartimentalisation isole d'une part la zone blessée et évite d'autre part une perte d'eau se propageant dans les tissus sains. En revanche, dans le cas d'un arbre abattu ou du bois mis en œuvre, l'aubier résiste nettement moins bien que le duramen qui est imprégné de substances protectrices élaborées au moment de la duraminisation, notamment des tanins.

I.5.1.2. Bois *initial et bois final*

Chez les espèces tempérées, l'arrêt du fonctionnement du cambium se traduit dans le bois par l'apparition de limites entre les divers accroissements annuels (limites de cernes), bien visible chez les résineux et les feuillus à zone initiale poreuse.

Chaque cerne est composé de deux type de bois, bois formée en période de végétation appelé bois de printemps ou bois initial (BI) et bois formée pendant la saison sèche appelé bois d'été ou bois final (BF) (figure I.44). Le bois initial chez les résineux est caractérisé par des trachéides à membrane fine et lumen large (conduction maximale à l'état vert) alors que le bois final présente des trachéides à membrane épaisse et lumen très réduit (conduction minimale à l'état vert).

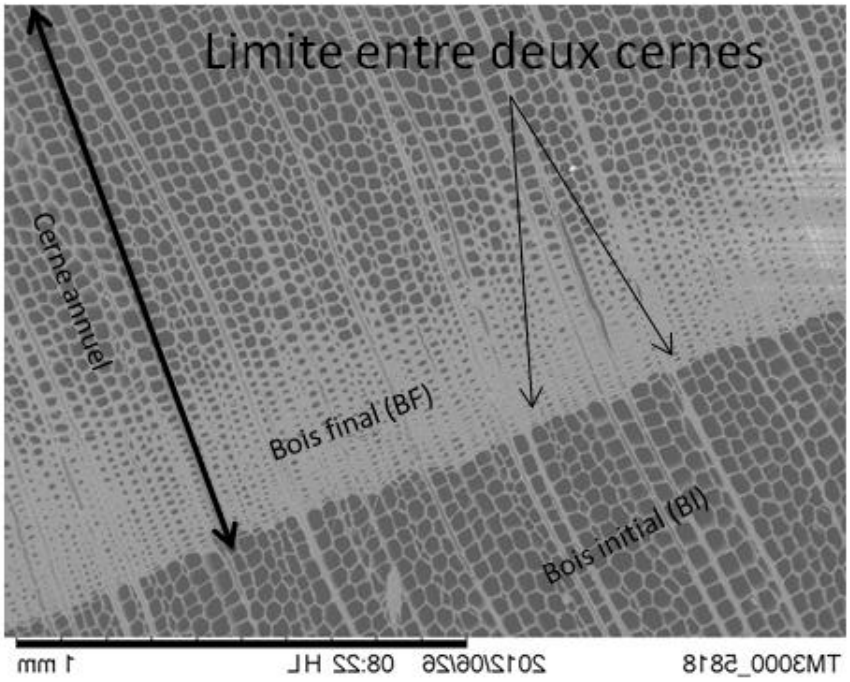


Figure I 44 *Cerne annuel chez le Douglas (BI + BF)*

A l'état sec, le bois final a une plus grande perméabilité que le bois initial. Le bois final est beaucoup plus résistant à l'aspiration des membranes chez les résineux. Ayant des ponctuations plus rares et plus petites que le bois initial, le bois final garde une perméabilité comparable à celle du bois initial.

Liese et Bauch (1967) ont montré que les forces d'adhésion nécessaires à la fermeture de la ponctuation dépendent de la structure membranaire. Un diamètre plus petit et des membranes plus épaisses des ponctuations du bois final nécessitent des forces d'adhésion plus importantes pour fermer les ponctuations. Bolton et Petty (1978) ont calculé la pression nécessaire pour déplacer la membrane de la ponctuation. Ils ont trouvé des valeurs de pression pour les ponctuations du bois final cent fois plus élevées que pour les ponctuations du bois initial. De plus, la texture plus serrée de la marge des ponctuations du bois final et la configuration de la chambre de la ponctuation contribuent à leur rigidité.

A côté des différences entre bois initial et bois final qui influencent la fermeture des ponctuations, il faut mentionner que le bois initial s'humidifie plus facilement que le bois final grâce à sa plus grande rugosité et sa plus grande porosité et l'épaisseur des parois.

I.5.2 Direction d'écoulement de la sève

Chez les résineux, la conduction des sèves concerne les trachéides longitudinales et les rayons ligneux. Ces derniers jouent un rôle de conduction radiale. Selon Siau (1984), la population de ces éléments conducteurs chez le Pin Blanc (*Pinus Strobus)* est de 93% de trachéides longitudinales, 1% des canaux résinifères longitudinaux et 6% de rayons ligneux. Banks (1970) cité par Siau (1984) qui a montré que la perméabilité radiale du Pin Sylvestre est plus grande que la perméabilité tangentielle ce qui s'explique l'écoulement du liquide par les rayons ligneux.

Pour le Sapin, la perméabilité longitudinale est deux fois supérieure à la perméabilité radiale et trois fois supérieure à la perméabilité tangentielle (Hansmann, 2002).

Almeida *et al.* (2007), ont étudié les caractéristiques du drainage du bois du Douglas.

L'analyse d'image obtenue par IRM leur a permis de suivre l'évolution du drainage longitudinal. Celui-ci apparaît en premier lieu dans les zones de bois final sous forme de clusters, puis un faible drainage apparait au niveau du bois initial. Ce résultat a été expliqué par une grande réaction des ponctuations du bois initial au phénomène d'aspiration.

I.5.2.1 Ecoulement axial

L'imprégnation axiale est l'une des techniques d'imprégnation les plus intéressantes permettant de traiter le bois à cœur d'une manière homogène (même les essences dites réfractaires ou difficilement imprégnables). Dans le cas de la préservation, elle confère à de nombreuses essences des propriétés inexistantes et améliore des qualités déjà existantes (Hekkou.M, 2008). Ainsi, une valeur ajoutée est apportée aux essences ciblées afin d'élargir leur champ d'utilisation.

Plusieurs auteurs ont montré que le flux est plus important dans la direction longitudinale que dans la direction radiale ou tangentielle. Alors que transversalement, la perméabilité est plus forte radialement que tangentiellement. D'après Agoua (2001), la perméabilité longitudinale est très grande par rapport à la perméabilité transversale et le rapport d'anisotropie varie de 100 à 300 000. Une légère différence de perméabilité entre la perméabilité radiale et la perméabilité tangentielle a été remarquée par le même auteur. Le rapport entre la perméabilité transversale (radiale ou tangentielle) et la perméabilité longitudinale pour les résineux est d'environ 1/100 à 1/10 000. Ce rapport est encore plus petit chez les feuillus à cause d'une très grande conductivité liée à la présence des vaisseaux (Karimi, 1995). Chez les résineux, l'écoulement axial s'effectue en premier lieu dans les trachéides longitudinales passant par les ponctuations aréolées (Zimmermann, 1983) (figure I.45). Un rôle très secondaire est joué par les canaux résinifères et par le parenchyme longitudinal également orienté dans la direction longitudinale. L'écoulement dans le bois des résineux implique deux facteurs qui sont le lumen des trachéides et l'ouverture des ponctuations. Ainsi, la résistance au flux ne réside pas uniquement dans les membranes des ponctuations. Bolton et Petty (1978), ont présenté un modèle mathématique basé sur le principe que la résistance totale au flux dépend de plusieurs paramètres : le diamètre ou l'ouverture de ponctuation, l'anneau bordant la torus (la marge) et la lumière des trachéides.

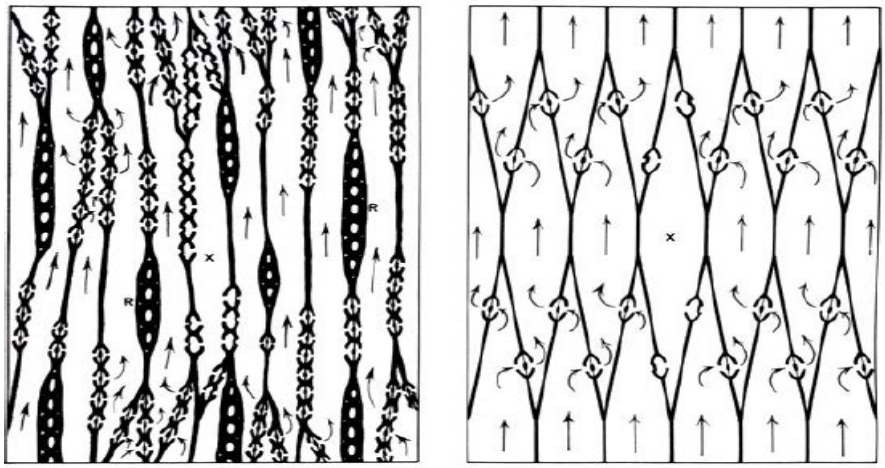


Figure I 45. *Modèle d'écoulement de la sève chez les résineux (Zimmermann, 1983)*

I.5.2.2 Ecoulement latéral

En général, les rayons ligneux offrent un chemin réel pour l'écoulement latéral (Wardrop et Davies, 1961, Coté 1963, Murmanis et Chudnoff, 1979). Chez les résineux, les rayons ligneux contribuent de manière importante au mouvement dans la direction radiale, particulièrement chez les espèces dont les rayons sont hétérogènes renfermant des trachéides (Coté, 1963). Les trachéides des rayons ligneux chez les résineux semblent être radialement plus perméables que le parenchyme radial.

Bien qu'ils n'aient qu'une importance locale, les espaces intercellulaires (chez certaines espèces) constituent un autre passage intéressant pour le mouvement radial.

En direction transverse, les liquides polaires peuvent emprunter radialement à la fois le système des ponctuations et le système capillaire des parois cellulaires.

I.5.2.3 État de la surface du bois

La préparation de l'état de surface du plan transverse des échantillons a un effet profond sur le débit de fluide à travers le bois car il contribue à l'ouverture et au dégagement des voix de pénétration du liquide. Choong *et al*., (1975), ont mis en évidence plusieurs méthodes pour la préparation de la surface des échantillons. Cet effet est plus important pour la perméabilité transversale (radiale ou tangentielle). Ces auteurs ont montré qu'il existe une relation positive entre le flux et l'amélioration de l'état de surface. Cette amélioration de l'état de surface favorise l'ouverture d'un grand nombre de lumens ce qui augmente la perméabilité.

I.5.2.4 Nature du fluide

La relation entre la perméabilité au gaz et la perméabilité aux liquides n'est pas établie. D'après Choong *et al.,* (1975), la perméabilité au liquide lorsqu'elle est supérieure à 1 Darcy ($1D = 0{,}97.10^{-12}$ m^2) est légèrement plus élevée que la perméabilité au gaz. Quand elle est inférieure à 1Darcy, la perméabilité aux liquides n'est pas différente de la perméabilité au gaz. Ces mêmes auteurs indiquent que la perméabilité à un gaz dans le sens longitudinal, pour les résineux et les feuillus, est plus élevée que la perméabilité à un liquide. Par ailleurs, Bolton et Petty (1978), trouvent une perméabilité au liquide toujours inférieure à celle du gaz.

I.5.2.5 Humidité du bois

Si le bois est en dessous du point de saturation des fibres, la perméabilité des résineux augmente lorsque cette humidité diminue. Il y a un retrait des agrégats de microfibrilles de cellulose dans la marge des ouvertures des ponctuations. Il faut noter cependant, que la perméabilité longitudinale de plusieurs feuillus augmente avec des humidités plus fortes sans doute par l'importance de la proportion des vaisseaux (Hansmann*et al*., 2002).

Concernant la diffusion, plusieurs auteurs utilisant différentes techniques de mesures ont observé un coefficient de diffusion augmentant avec l'humidité. Selon Choong *et al*. (1975), les coefficients de la diffusion transversale augmentent avec l'humidité, alors que le coefficient de diffusion longitudinale décroit. Ce comportement peut s'expliquer par le fait que la diffusion de l'eau liée augmente avec l'humidité, alors que la diffusion de la vapeur diminue avec l'augmentation de l'humidité.

De plus, la diffusion de l'eau liée est plus importante dans la direction transversale. Alors que la diffusion de la vapeur est plus importante pour un mouvement longitudinal. A de faibles humidités, l'énergie d'activation est plus élevée due à une énergie de liaison de vapeur plus basse à des humidités fortes.

I.6. Techniques pour l'amélioration de l'imprégnation

L'imprégnabilité du bois reste toujours une source de préoccupation pour les industriels de transformation du bois, en particulier pour les espèces qui sont difficiles à traiter. Plusieurs axes de recherches ont déjà été explorés pour améliorer l'imprégnabilité du bois tels que l'utilisation des rayonnements infrarouge, les micro-ondes, l'autoclave, les bactéries, les champignons, les ultrasons, les tensioactifs... Toutes ces techniques ont eu pour objectif

l'amélioration de l'imprégnabilité principalement dans la direction axiale à travers la réouverture des ponctuations aspirées lors de l'abattage et au cours du séchage.

En général, la taille des trachéides chez les conifères varie selon les espèces (Bannan, 1965; Panshin et De Zeeuw, 1970; Pittermann *et al*, 2006a). Dans un arbre, cette variation influence considérablement le transport de l'eau (Bannan, 1965; Rundel et Stecker, 1977; Domec *et al.*, 2006). D'une trachéide à une autre, l'eau se déplace non seulement par le lumen, mais aussi à travers les ponctuations. La limitation de la conductivité hydraulique dans les ponctuations est influencée par l'allométrie entre le diamètre et la longueur des trachéides.

Les diverses voies par lesquelles les liquides peuvent pénétrer dans le bois ont été passées en revue par un certain nombre d'auteurs (Comstock, 1965; Matsumura *et al*.,1998; Bamber, 1972). Les voies suggérées dans le cas des résineux sont principalement les trachéides axiales et radiales, les canaux résinifères et le parenchyme radial.

Bamber, 1972 a attribué l'amélioration de la perméabilité de l'aubier des espèces de Pin, à l'effondrement (collapse) de la paroi mince non lignifiée des cellules de parenchyme de rayon pendant le séchage, créant des espaces interstitiels entre les parenchymes radiaux, axiaux et les trachéides. Ces espaces ont été considérés comme un chemin secondaire d'écoulement permettant la libre circulation. Pour le duramen, les changements de la paroi des cellules au cours de la duraminisation semblent réduire la perméabilité des canaux résinifères et des parenchymes des rayons. Chez le pin à sucre (*Pin lambertiana)*, le tissu parenchymateux des canaux résinifères se lignifie et développe une paroi secondaire. Chez le *Pin radiata,* il y a une lignification sans épaississement secondaire. Toujours d'après Bamber (1972), les essences de Pins développent des thylloides dans les canaux lors de la formation du duramen.

Généralement il y a une différence de perméabilité entre aubier et duramen des résineux. Dans le cas du Douglas introduit en France, l'imprégnabilité à l'état vert de son duramen (déjà sec à l'origine avec une humidité de 30 à 45 %), est toujours faible. Cette mauvaise imprégnabilité est observée seulement au niveau du duramen. Son aubier est déjà trop humide à l'état vert (80 à 120 %). Les transformations physico-chimiques qui accompagnent la transformation de l'aubier en bois de cœur, peuvent constituer un obstacle à l'imprégnabilité.

I.6.1 L'autoclavage

L'autoclavage est un procédé conçu pour imprégner le bois sec (taux d'humidité inférieure à 30%) par des agents de conservations. Le bois placé dans l'autoclave est tout d'abord soumis à

un vide maintenu durant quelques heures, chassant l'air contenu dans le bois. Puis, le produit d'imprégnation est introduit dans l'autoclave avec augmentation de la pression qui sera maintenue durant 6 à 12 heures. C'est durant cette phase que le produit d'imprégnation pénètre profondément dans le bois.

La technique d'autoclave a été étudiée récemment pour le Douglas dans le laboratoire de l'ENSAM Cluny. Du bois de Douglas a été placé dans un autoclave de laboratoire et le bois a subi un cycle vide-pression de type Bethell simplifié (Mothe *et al.*, 2000), comprenant un vide initial de -0,7 bar puis une période de pression de 2 h à +0,07 bar.

L'autoclavage a été aussi étudié par Matsumura *et al*., (1998). Ils ont étuvé à la vapeur le duramen du *Pin radiata*. Ils ont constaté que la pénétration de liquide coloré dans les canaux résinifères du duramen a été améliorée, vraisemblablement dû au déplacement ou à la redistribution de la résine. Un changement de l'état des ponctuations aréolées entre les trachéides a été aussi observé par microscopie confocale après imprégnation avec de la fluorescéine. La pénétration du liquide se fait aussi bien dans le sens écorce-moelle que dans le sens moelle-écorce. Dans cette étude, ils ont aussi confirmé la fonction conductrice des canaux résinifères radiaux des rayons unisériés de l'aubier de *Pin radiata*. Lors de l'imprégnation, la plupart des trachéides conductrices sont mitoyennes aux rayons.

La technique d'autoclavage a abouti à des résultats relativement satisfaisants quant à l'imprégnation des produits de préservation pour le bois, néanmoins ce procédé est toujours difficile à mettre en place industriellement pour le déroulage vu les volumes très importants du bois mis en jeu dans une usine de déroulage.

I.6.2 Les ultrasons

Les ultrasons possèdent une fréquence largement utilisée dans l'industrie agro-alimentaire pour la stérilisation et l'extraction. Mason (1996) a étudié l'effet des ultrasons sur la vitesse de séchage de divers matériaux et il a constaté que la vitesse de séchage de la sciure du bois a été augmentée avec des ultrasons. Burdell et Barnett (1969) ont montré que le choc des ondes ultrasoniques dans un cylindre pilote sous des pressions adéquates était un moyen efficace pour accélérer l'injection d'additifs liquides dans le bois.

La cavitation ultrasonique est une rapide formation et explosion des bulles de gaz dans un liquide à vitesse correspondant à la fréquence des ondes ultrasoniques. La formation et l'explosion rapide de ces bulles génèrent instantanément une grande pression qui peut causer

des dommages physiques à des surfaces solides tout en les nettoyant de tous les dépôts de matériaux étrangers (Frederick, 1965). L'énergie ultrasonique est généralement utilisée dans le soudage thermoplastique. Chen et Simpson (1992) ont étudié l'effet des ultrasons par cavitation sur trois espèces de feuillus américaines (*Quercus Alba, Juglans Nigra et Accer Saccharum*). Ils ont suivi la vitesse de propagation de la chaleur comme indicateur de perméabilité dans des bois soumis à des cavitations ultrasoniques. Les résultats étaient une amélioration de la perméabilité longitudinale du duramen des bois *d'Accer Saccharum* vert et sec à l'air. Alors qu'aucune modification de la perméabilité de *Quercus Alba* et de *Juglans Nigra* n'a été observée.

Avramidis (1998) a étudié l'effet des ultrasons sur l'absorption de certaines substances chimiques par le Douglas (*Pseudotsuga Menziesii*), l'Epicéa de Sitka (*Picea sitchensis*) et le Pin Ponderosa (*Pinus ponderosa*). Il a constaté après échographie que l'absorption du CCA (arséniat cuivre chromaté) et du pentachlorophénol dans de petits échantillons d'aubier sous pression atmosphérique a été bien améliorée.

Tanaka *et al.,* (2010) ont étudié la perméabilité sur des petits échantillons de Douglas après traitement avec des ultrasons à une fréquence fixe de 20 kHz. Le bombardement acoustique a entraîné une augmentation du coefficient de perméabilité spécifique dans les deux directions radiale et tangentielle. L'analyse statistique a révélé qu'il y avait une forte corrélation entre le temps de traitement par ultrasons et le coefficient de perméabilité spécifique. Le taux d'amélioration de la perméabilité dans des directions radiales et tangentielles était presque le même quelle que soit la durée du traitement.

Marčok et Kurjatko (1987) ont utilisé les ultrasons sur des échantillons d'Epicea. La profondeur de la surface imprégnée a été augmentée de 33% dans l'aubier et 24% dans le bois de cœur.

Gourvet (2009) a mené des travaux pour essayer d'imprégner quelques échantillons de bois de cœur de Douglas en faisant recourt aux ultrasons à une fréquence de 20 KHz pour une puissance de 400 W mais les résultats n'ont pas été satisfaisants.

L'énergie ultrasonique pourrait être un outil simple pour l'amélioration de la perméabilité de bois à l'eau. Pour qu'elle soit transposable à l'échelle industrielle dans le cas de déroulage, il faut maîtriser des paramètres importants tels que la variation dimensionnelle de l'échantillon à traiter, la taille de la sonde, la puissance des ultrasons, l'effet des agents de couplage et la

durée de la cavitation. Il faut aussi tenir compte de la variabilité du bois qui est énorme que ce soit d'une essence à l'autre, dans la même essence ou même dans le même arbre.

I.6.3 Les bactéries

La technique des bactéries est une voie biologique pour détruire le torus des ponctuations, responsable de la mauvaise imprégnabilité de certaines espèces. Cette technique privilégie la perméabilité longitudinale. Dans ce contexte, on peut citer les travaux des japonais Kobayashi, Iida, Imamura et Watanabe (1998), qui ont utilisé des bactéries sur du Sugi, un résineux couramment utilisé au Japon. Les tchèques Panek et Reinprecht (2008) ont également étudié la possibilité d'augmenter l'imprégnabilité des échantillons d'aubier et de duramen d'Epicéa par attaque biologique en utilisant des bactéries (Bacillus subtilis). Ils ont remarqué une nette amélioration de la perméabilité au niveau de l'aubier (toutes les ponctuations presque ouvertes) sans modification de celle-ci au niveau de duramen qui reste la partie du bois difficilement imprégnable.

Fogarty et Ward (1972) et De Grootet Sachs (1976) ont dosé l'activité des enzymes provenant de bactéries isolées à partir de l'eau de stockage du bois. Ils ont démontré la présence de cellulase, xylanase et une activité pectinase. Nicolas et Thomas (1968); Bauch *et al.,* (1970); Tschernitz (1973); Meyer (1974); Adolf (1975); Militz (1993); Daniel *et al* (1996), ont employé dans leurs études des enzymes spécifiques, individuelles ou dans des mélanges d'enzymes ayant pour objectif la destruction des membranes des ponctuations. Ils ont démontré une amélioration nette de la perméabilité.

L'utilisation de la voie bactérienne ou des enzymes commerciales (pectinases, hydrolases avec un large spectre d'activité cellulolytique et hémicellulolytique) pour l'amélioration de la perméabilité à l'échelle industrielle reste une voie très prometteuse vue le coût économique intéressant mais jusqu'à maintenant les études effectuées n'ont montrés qu'une amélioration superficielle de la perméabilité (quelques millimètres de profondeur dans le bois). Associer des champignons avec les bactéries pourrait rapporter des résultats meilleurs. Les hyphes (appareil végétatif des champignons) peuvent envahir complètement le bois massif par ramification. Il est évident que sous l'action d'agents de pourriture, la perméabilité du bois change, ce qui ne peut pas être réalisé par les produits enzymatiques de commerce qui ne peuvent pénétrer que quelques millimètres de profondeur dans le bois. En contre partie, face à ce type d'attaque, il semble évident que l'on puisse assister à une forte détérioration des propriétés mécaniques.

I.6.4 Les champignons

La biodégradation par les champignons présente un effet pertinent pour la perméabilité du bois.

Le basidiomycète, présente une grande capacité pour augmenter la perméabilité du bois parfait de l'Epicéa et du Sapin sans induire des pertes de masse importantes et donc des propriétés mécaniques.

Schwarze*et al.,* (2007), ont signalé que les hyphes pénètrent dans la chambre de la ponctuation via les ouvertures de la marge. Les membranes sont ainsi dégradées. Cette dégradation commence au niveau du torus qui est la partie centrale de la membrane.

Quant à Rosner *et al.,* (1998), leur travail a cherché à mettre en évidence l'effet des différentes espèces de champignon sur l'amélioration de l'imprégnabilité du bois d'Epicea. Ils ont utilisé les espèces de champignon suivantes: *Phanerochaetechrysosporium, Dichomitussqualens, Trichodermaviride* et *Trichoadermaaureoviride*. Les échantillons ont été inoculés et incubés pendant une période de 1- 4 semaines, ensuite imprégnés par l'huile de créosote (huile extraite du goudron ou du charbon du bois). La colonisation des échantillons par les champignons a été observée par microscopie optique et électronique. La quantification a été réalisée par la méthode de l'ergostérol. Après environ une semaine, l'ensemble de l'aubier a été colonisé. *Dichomitussqualens* a colonisé également le bois de cœur. La profondeur de pénétration de l'huile de créosote a été proportionnelle à la profondeur de la colonisation des échantillons par les champignons. L'observation au microscope électronique a montré que l'augmentation de la perméabilité a été causée essentiellement par l'ouverture enzymatique des ponctuations et non pas par la pénétration physique des hyphes à travers les membranes.

Les champignons microscopiques ont été également utilisés pour attaquer les membranes des torus et provoquer la rupture des ponctuations. Ladislav et Milos (2008) ont utilisé cette technique sur des échantillons d'Epicéa. Ils ont prélevé des échantillons d'aubier et de duramen. Ces échantillons ont été traités par des champignons microscopiques : *Trichodermaviride* à température ambiante (20°C), pendant 1, 3, 6 et 9 semaines. Après ce bio-traitement, la perméabilité axiale était améliorée et la cinétique de reprise d'eau après trempage dans les zones d'aubier a été observée. Toutefois, la perméabilité au niveau de duramen reste inchangée.

Comme pour la technique des bactéries, la transposition à l'échelle industrielle de la technique des champignons reste très importante sur le plan économique pour les espèces qui présentent un problème d'imprégnabilité dans la zone d'aubier. Pour ceux qui présentent un problème d'imprégnabilté dans la zône du duramen comme pour le cas du Douglas, l'utilisation des champignons reste une solution limitée vue que son influence se limité dans l'aubier. Si en intensifie l'attaque, le risque de dégrader les propriétés mécaniques du bois traités devient imminent.

I.6.5 Les Infrarouges

La notion de pénétration du rayonnement infrarouge dans le bois apparaît pour la première fois dans la littérature en 1983, lorsque Grimbhall et Hoel (1983) ont mentionné que le rayon infrarouge (IR) est «intensivement» absorbée par la surface de chêne.

La technique utilisant des infrarouges a été explorée en 1999 pour l'amélioration de la perméabilité de *Cryptomeria japonica D.Don* par les japonais Andoh *et al.* (1999). Sur des billons de bois de Cryptomeria, ils ont appliqué un système de chauffage par la fumée dégagée d'une chambre de combustion. Ce système est composé d'une première chambre de chauffage avec paroi interne en céramique, d'une capacité de $5m^3$ et une deuxième chambre de combustion (le bois est utilisé comme combustible). Entre les deux chambres précédentes, une chambre intermédiaire contient plusieurs blocs de céramique servant comme source croissante d'infrarouge lointain. La fumée, les radiations infrarouges lointains et la vapeur passent à travers la chambre moyenne puis entrent en contact avec le bois à traiter à une température allant de 140 à 180°C (pendant 5 heures). La température du bois augmente d'une manière homogène et rapide. Après observation au microscope électronique à balayage, ils ont constaté que 51% des ponctuations dans l'aubier et 23% des ponctuations dans le duramen ont été systématiquement ouvertes.

L'accroissement de pression de vapeur à l'intérieur du bois est à l'origine de l'ouverture des ponctuations. Ces résultats ont été enregistrés quand la température à l'intérieur du bois atteignait 80 à 100°C.

Plus récemment, Potter et Andresen (2010) ont rapporté une observation qualitative importante, les arbres vivants sont chauffés par rayonnement infrarouge. La mesure du profil de température en profondeur dans le bois en tant que mesure indirecte de la profondeur du rayonnement infrarouge de pénétration, Makoviny et Zemiar (2004) ont suggéré que, selon

toute probabilité la profondeur de pénétration des RI était inférieure à 0,1 mm pour le bois d'un chêne à une humidité comprise entre 0 et 20 %.

I.6.6 Les micro-ondes

La technique utilisant les micro-ondes est une technique beaucoup plus développée surtout par les industriels qui veulent injecter des produits de préservation dans des bois faiblement imprégnables. Cette nouvelle technologie a donné de réels espoirs aux industriels car selon Torgovnikov et Vinden (2009), cette technique pourrait être appliquée à tous les types de bois. Ils ont montré que la modification du bois sur une plage de 0,92 à 2,45 GHz produit une augmentation vertigineuse de la perméabilité, quand la force des micro-ondes est appliquée dans une plage de 250 à 1200 $MJ.m^{-3}$.

Le bois vert absorbe facilement l'énergie des micro-ondes en raison de son humidité élevée. Le passage de l'énergie des micro-ondes dans le bois est le résultat d'une grande libération d'énergie provenant de l'intérieur du matériau. Quand une intensité élevée d'énergie micro-ondes est appliquée au bois humide, de la vapeur est générée à l'intérieur des cellules. Sous une grande pression de vapeur interne, les ponctuations sur les parois cellulaires, les thylles dans les vaisseaux et les cellules des rayons ligneux se rompent pour former des chemins pour le transport des liquides et des vapeurs. Lorsque l'intensité d'application d'énergie micro-ondes croit d'avantage, la pression de vapeur interne provoque l'apparition de petits vides dans le plan radial-tangentiel. Le nombre de ces cavités, leurs dimensions, leur distribution dépendent étroitement de la structure du bois et peuvent être contrôlés par une variation de l'intensité des micro-ondes Vinden (2009). La perméabilité du bois dans les directions radiales et longitudinales peut augmenter de plusieurs milliers de fois chez les espèces jugées précédemment imperméables aux liquides et aux gaz. Vinden *et al.,* (2011), ont mené une étude sur l'amélioration de l'imprégnabilité aux agents de préservation du bois de cœur de *Pinus Radiata* qui est utilisé principalement pour la fabrication des traverses de chemin de fer en Australie. Ces chercheurs ont traité le bois dans un four à micro-ondes et ils ont observé une amélioration de l'imprégnabilité des bois traités. L'énergie des micro-ondes utilisées dépendait de l'humidité du bois et de sa densité, en général cette énergie varie de 75 à 110 $kWh.m^{-3}$. L'énergie des micro-ondes reste une technique très importante mais elle peut causer tout de même des dégâts au bois surtout au niveau de ses propriétés mécaniques. Torgovnikov et Vinden (2009), rapportent que l'application des micro-ondes peut engendrer la rupture des

parois cellulaires des rayons ligneux, des parenchymes et des trachéides. Elle détruit aussi les thylloses et les membranes cellulaires des vaisseaux chez les feuillus.

La technologie utilisant les micro-ondes, si elle est rentable économiquement pour certain application industriel (imprégnation des railles de chemin de fer en Australie), pour les industries de déroulage reste couteuse, vue la consommation d'énergie d'une part et les volumes des bois utilisés

I.6.7 Autres techniques

Plusieurs autres techniques ont été utilisées pour améliorer l'imprégnabilité de certaines essences de bois. On peut citer le traitement par vapeur d'eau, l'utilisation de la technique d'échange eau-solvant avant séchage, le séchage au point critique, le séchage supercritique ou encore la modification chimique.

I.6.7.1 Technique de séchage par échange des solvants

En général, on observe une diminution de l'imprégnabilité lorsque le bois sèche. Cela est causé essentiellement par l'aspiration des ponctuations. En revanche, Bauch et Liese (1966), ont observé une amélioration de l'imprégnabilité lors qu'ils ont remplacé dès l'abattage (avant le séchage) l'eau dans le bois par un liquide qui a le pouvoir de stopper ou du moins réduire l'aspiration des ponctuations ou encore d'améliorer d'autres propriétés, la viscosité ou la tension superficielle, en relation avec l'imprégnabilité. Avec la technique de substitution des solvants, l'eau dans le bois est remplacée par un liquide moins polaire qui est remplacé à son tour par un liquide non polaire**.** Timmons *et al*., (1971) ont montré que la miscibilité des liquides échangés entre eux est d'une importance particulière. Outre la prévention de l'aspiration des ponctuations, l'échange de solvant peut rendre la paroi de la cellule plus accessible à des polymères ainsi qu'aux liquides et aux vapeurs non polaires. Une diminution du pourcentage des ponctuations aspirées suivie par une augmentation de la perméabilité ont été observées dans l'aubier de plusieurs espèces par un certain nombre de chercheurs (Wardrop et Davies, 1961 ; Bolton et Petty, 1977a et 1977b ; Comstock, 1968). L'utilisation de la technique de remplacement de l'eau par des solvants lors du séchage du bois n'améliore que la perméabilité de l'aubier, les ponctuations au niveau du duramen restent souvent aspirées (Bramhall et Wilson, 1971). Petty (1978b), rapporte qu'il ya même une diminution de la perméabilité au niveau du bois de cœur causé essentiellement par la redistribution des extraits intrinsèques du bois vers les ponctuations non aspirées.

I.6.7.2 Modification chimique

Militz et Homan (1993) ont trempé des échantillons d'épicéa pendant 20 jours dans l'acide acétique puis 10 jours dans l'ammonium oxalate. Une meilleure imprégnabilité a été observée. Ceci est expliqué par l'action de l'acide qui a éliminé la résine des canaux résinifères et par l'action de l'ammonium oxalate qui a modifié la structure des torus des ponctuations.

Thomas et Kringstad (1971) et Rapp *et al.,* (2000) ont examiné l'influence de l'estérification et de l'éthérification des groupes hydroxyles sur la vitesse d'aspiration des ponctuations. Ils ont traité des copeaux de bois vert à l'aide d'une acétylation et une trimethylsiliation pour bloquer les groupes hydroxyles. Ils ont ainsi remarqué que les échantillons traités après séchage montrent une réduction significative des ponctuations aspirées. Finalement, ils en ont conclu que les polysaccharides et/ou les groupes hydroxyles de la lignine dans la membrane de la ponctuation jouent un rôle important dans l'aspiration des ponctuations.

L'amélioration de l'imprégnabilité du bois par modification chimique est un processus couteux (prix élevé des produits chimiques) et non respectueux de l'environnement. Ces deux paramètres rendent son adaptation à l'échelle industrielle non souhaité.

I.6.7.3 ***Technique de trempage***

L'immersion du bois dans l'eau peut améliorer ses capacités à être pénétré par des produits de préservation. Unligil (1972) a trempé des billons de *Picea glauca* pendant 5 semaines et il a constaté une complète imprégnation de l'aubier de cette espèce par du créosote après traitement sous pression. Il a expliqué la pénétration ce phénomène par des attaques bactériennes au niveau des cellules parenchymateuses des rayons ligneux. Ces attaques ont favorisé une forte pénétration radiale. Les bactéries se sont développées lors de la période de trempage. Dans ce même esprit, Bolton et Petty (1975) ont examiné la perméabilité longitudinale au gaz de *Picea sitchensis* après flottage durant 5 mois dans de l'eau stagnante. Cette période de trempage ou flottage a permis des attaques bactériennes des membranes de ponctuation et par la suite une amélioration nette de la perméabilité de l'aubier. La perméabilité de duramen reste inchangée. La technique de trempage diffère avec celle utilisant des bactéries déjà mentionnée dans le paragraphe I.6.3 par le fait que le trempage permet au bois de développer ses propres bactéries d'une manière spontanée.

L'augmentation de la perméabilité du bois après marinage ou simplement par aspersion a été démontré par plusieurs chercheurs : Ellwood et Ecklund, 1959; Liese et Karnop, 1968;

DeGroot, 1973; DeGroot *et al*., 1971; Levy, 1975; DeGroot et Sachs 1976; Kobayashi *et al.,* 1998. Le développement des colonies bactériennes dans ces conditions humides attaquent et dégradent uniquement les composants pecto-cellulosiques des membranes des ponctuations ; ce qui augmente la perméabilité du bois, sans incidence sur ses propriétés mécaniques. Efranjsah *et al*., (1989), ont immergé pendant cinq mois des échantillons d'Epicéa afin d'étudier l'influence du trempage à l'eau sur sa perméabilité ainsi que sur ses propriétés mécaniques. La présence de la bactérie « *Bacillus subtilis »* a été identifiée au niveau du torus des ponctuations de l'aubier. L'imprégnabilité de l'aubier a été nettement améliorée, tandis que celle au niveau du duramen l'est moins. Les propriétés mécaniques sont eux aussi affectées : la densité a diminué de 1,15%, le module d'élasticité dans le sens longitudinal s'est affaibli de 9,3% et le module de rupture en flexion a été aussi réduit de 17%.

Par ailleurs, Singh *et al*., (1998), ont examiné l'influence du trempage sur la profondeur de pénétration de l'acrylate, appliqué par badigeonnage sur des panneaux de *Pinus Radiata*. Les panneaux ont été trempés pour des périodes allant de 2 à 12 semaines, puis séchés puis peints avec une peinture de base. Ils ont observé que la profondeur de pénétration de la peinture était de deux cellules. Après 2 semaines de trempage, elle était déjà à 5-6 cellules et après 4 semaines de trempage, elle était plus de 10 cellules. Ces modifications sont expliquées par l'influence des bactéries sur la membrane des ponctuations aspirées.

Le comportement des membranes des ponctuations de résineux pendant leur stockage dans l'eau comme pour les feuillus a été étudié par Liese *et al*., (1995); Kobayashi *et al.,* (1998), et Singh *et al.,* (2000). Chez les résineux, les membranes de ponctuations se composent de cellulose, d'hémicellulose et de pectines, le torus étant riche en pectines et la marge (partie entourant le torus) riche en cellulose. La dégradation des membranes des ponctuations par des bactéries dans ces conditions, suggère que les bactéries produisent des enzymes nécessaires pour dégrader et utiliser les composants de la membrane des ponctuations.

I.7. Conclusion et Stratégie des essais

Le bois est un matériau composite naturel rugueux, microporeux et hygroscopique. Cela rend son déroulage et sa préservation difficile comparativement à des matériaux isotropes comme les métaux. Le bois de Douglas ne fait pas exception à la règle. En effet, il présente un comportement global au déroulage assez comparable à celui des autres bois résineux. Mais sa très forte hétérogénéité de répartition d'humidité entre aubier et duramen à l'état vert et la faible imprégnabilité de son duramen lors de son étuvage à l'eau constitue de sérieux

handicaps. Même si le rôle traditionnel de l'étuvage n'est pas la réhumidification du bois, mais il est souvent admis que cette opération entraîne accessoirement la pénétration de l'eau (le taux d'humidité du bois augmente). De plus, le Douglas est une essence écologiquement peu exigeante, résiste bien au froid et peut subsister sur presque tous les types de sols. Ces qualités font du bois de Douglas un bois très prometteur pour les années à venir. Un des procédés important de son exploitation est le déroulage, à condition de bien en maitriser la qualité de production. La sécheresse à cœur du Douglas est pour cette qualité de production un véritable obstacle.

Afin de produire des placages de qualités, il faut que le bois soit suffisamment humide après étuvage pour que l'opération de déroulage se passe dans des bonnes conditions. Or le bois de duramen de Douglas est très difficilement imprégnable contrairement à son aubier. Mothe et Marchal (2000) ont mis en évidence une amélioration significative de la qualité du déroulage grâce à une élévation de l'humidité de duramen de l'ordre de +10 %, mais d'une manière homogène.

Le Douglas figure parmi les premières essences déroulées au monde (Mothe *et al.*, 2000), l'amélioration de son imprégnabilté à l'eau n'a jamais fait l'objet d'une étude complète sur les causes de la mauvaise imprégnabilité de son duramen lors de son étuvage, en incluant à la fois les paramètres chimiques, physiques et anatomiques qui peuvent changer en passant de l'aubier au duramen. Pour mieux cerner les problèmes du déroulage du bois de Douglas, il faut tout d'abord comprendre sa structure anatomique et mettre en évidence l'influence de certains paramètres importants sur son comportement à l'eau tels que :

- la composition chimique des extraits et leur relation avec la mouillabilité du bois,
- l'humidité d'équilibre et sa relation avec la migration du liquide entre les cellules du bois.

Puis faire le lien avec les paramètres d'étuvage (simple, amélioré, la température et la durée de traitement) afin de rechercher si une adaptation à moindre coût du procédé d'étuvage pourrait favoriser une reprise homogène d'humidité.

Selon Comstock (1968), la perméabilité de certains bois augmente quand l'humidité résiduelle (humidité d'équilibre du bois) diminue. L'humidité peut jouer le rôle d'une barrière physique pour le débit massique du liquide (Wirspa et Libby, 1950 in Sheik et Chun 2009). Au dessus du PSF, le bois continu à stocker l'eau par absorption ou par capillarité jusqu'à ce

que toutes les cavités soient pleines (Browning, 1963 in Sheikh *et al*., 2011). Ainsi la pénétration du liquide dans le bois est fortement liée à l'humidité des échantillons testés (humidité de duramen de Douglas est 35 - 45 %).

Un phénomène très important qui se déroule lors de la pénétration du liquide dans le bois, il s'agit de l'air comprimé par le liquide qui peut ralentir fortement l'imprégnabilté (Virta *et al*., 2006 in Sheikh *et al*, 2011). Banks, 1981 rapporte que l'air comprimé durant le trempage du bois dans l'eau provoque la formation des contre-pressions qui sensiblement réduisent la perméabilité. Un séchage préalable des échantillons pourrait libérer une partie de cet air par l'intermédiaire de microfissures au niveau de la paroi des ponctuations (Elaieb *et al.,* 2012).

Les techniques consultées dans la littérature sont majoritairement orientées vers l'amélioration de l'imprégnabilité du bois aux produits de préservation. Pour mettre en évidence l'efficacité de ces techniques, les auteurs ont mesurés à chaque fois la perméabilité, le plus souvent au gaz en utilisant la loi de Darcy et non pas l'imprégnation (m^3 de fluide / kg de bois). Ces techniques restent soit peu efficaces (bactéries, champignons, rayons IR, modification chimique, trempage, échange de solvants), soit difficilement transposables à l'échelle industrielle vue le volume du bois mis en jeu (micro-ondes). A notre connaissance, peu de recherches ont été menées et qui ont abordées l'amélioration de l'imprégnabilité à l'eau du bois destinées au déroulage (Mothe et al, 2000 en font partie).

Nous proposons à travers ce mémoire de thèse, en premier lieu une caractérisation physicochimique et anatomique du Douglas (aubier et duramen) échantillonné, en deuxième lieu, mettre en évidence l'effet de la technique habituelle de bouillotage sur la répartition de l'humidité final à l'intérieur du bois. Le bouillotage sera effectué par immersion dans l'eau simple ou améliorée par l'ajout des tensio-actifs dans le cas où notre bois montrera un comportement hydrophobe à l'eau. Nous allons varier principalement deux paramètres : la température et la durée d'immersion.

Les molécules tensioactives sont aussi appelées agents de surface ou encore surfactifs du terme anglais « surfactant ». Ces molécules ont plusieurs propriétés et domaines d'utilisation. Parmi les propriétés des tensio-actifs en trouve le pouvoir mouillant, c'est à dire qu'il favorise l'étalement d'un liquide sur une surface lisse et augmente la vitesse de pénétration dans les substances poreuses (Austria *et al.*, 1997).

L'énergie ultrasonique pourrait être un outil simple pour l'amélioration de la perméabilité de bois à l'eau. Dans la littérature, l'utilisation des Ultrasons à donnée des résultats positives avec certaines espèces *(Accer Saccharum Picea sitchensis*, *Pinus ponderosa*) en variant seulement la fréquence ou la puissance. Dans notre cas, nous allons étudier en plus l'effet des agents de couplage (température) et la durée de la cavitation.

L'effet de l'humidité résiduelle ou encore le séchage du bois (thermique ou naturel) sur l'imprégnation et sur sa vitesse sera étudié, au départ sur des petits échantillons normalisés puis sur des échantillons de taille industrielle. L'état des ponctuations aréolées sera suivi à travers des prises d'images par différents types de microscopes : Microscope Electronique à Balayage Environnemental (MEB) et Confocal Laser Scanning Microscopy (CLSM) avant et après traitement.

Les cartographies d'humidité avant et après chaque traitement seront tracées par deux méthodes. Méthode de pesée sur des rondelles de 2 cm d'épaisseur qui renseignera essentiellement sur la répartition transversale de l'humidité et la méthode d'imagerie X qui permet de suivre d'une manière très précise la répartition de l'humidité adsorbée à l'intérieur des billons de Douglas de taille industrielle. L'avantage de la méthode aux rayons X est qu'elle permet d'estimer de façon non destructive la teneur en eau d'un échantillon et d'observer la structure interne de l'échantillon dans différentes conditions.

A terme, l'information principale apportée par la thèse serait de progresser sur la relation humidité du bois / imprégnabilité, notamment l'effet du séchage sur les ponctuations aréolées chez le Douglas.

Nous espérons que les résultats finaux apporteront non seulement des réponses scientifiques (l'importance du séchage et de l'humidité résiduelle sur l'imprégnabilité du bois), mais aussi des résultats pratiques utiles pour l'industrie du bois (le choix des bonnes humidités de départ pour le traitement du bois du Douglas).

Chapitre II

Chapitre II : Etude de l'imprégnabilité naturelle du Douglas -bois vert

II.1. Introduction

D'après la littérature et la recherche bibliographique consultée, le problème d'imprégnabilité du bois en général et du bois de Douglas en particulier est aussi bien d'origine physique que chimique ou anatomique.

Dans ce chapitre, notre objectif est de confirmer d'abord le caractère non imprégnable du bois de cœur du Douglas. Puis, nous allons chercher des éléments de réponse sur la faible imprégnabilité du bois du duramen de cette essence à travers des différentes analyses physiques, chimiques et anatomiques.

Rappelons d'abord que la norme EN 350 place le Douglas français dans la classe d'imprégnabilité 4. Ce classement signifie que le Douglas n'est pas considéré comme imprégnable en Europe. Les données fournies par les Américains de la Wood Preserver Association et celles trouvées dans la littérature ne sont pas aussi radicales sur le classement du Douglas outre Atlantique.

En Amérique du Nord, ce bois est classé de deux manières suivant sa provenance. Les spécimens dits « côtier » sont classés comme modérément difficiles à imprégner (classe d'imprégnabilité 2 selon EN 350). Au contraire, les Douglas dit « montagnards » sont classés comme très difficiles à imprégner, ce qui est équivalent de la classe d'imprégnabilité 4 de la norme E.N. 350 (Kollman *et al.,* 1984). De nombreuses études ont été menées à ce sujet dans cette région (Amérique du Nord). Ces études avaient principalement pour objet de délimiter les zones ou le bois de Douglas était impossible à imprégner. Ces répartitions intéressaient les scieurs mais aussi les papetiers qui étaient gênés par ce bois difficile à traiter. Les résultats de ces études montrent en fait que les spécimens pouvant être traités, sont majoritairement localisés sur la côte océanique contrairement aux spécimens non imprégnables qu'on trouve principalement à l'intérieure des terres.

Le Douglas en France qui se trouve majoritairement à l'intérieur des terres, est considéré par les industriels du bois comme non imprégnable. Comme présenté dans l'introduction de ce mémoire, le Douglas possède quelques spécificités par rapport à d'autres résineux tel qu'une hétérogénéité de répartition d'humidité très importante et une sécheresse très marquée du bois de cœur. L'aubier frais du Douglas est très humide et facilement imprégnable contrairement

au duramen frais qui est sec et difficilement imprégnable. Sa valorisation de manière optimale en sciages ou en feuilles de déroulage devient compliquée.

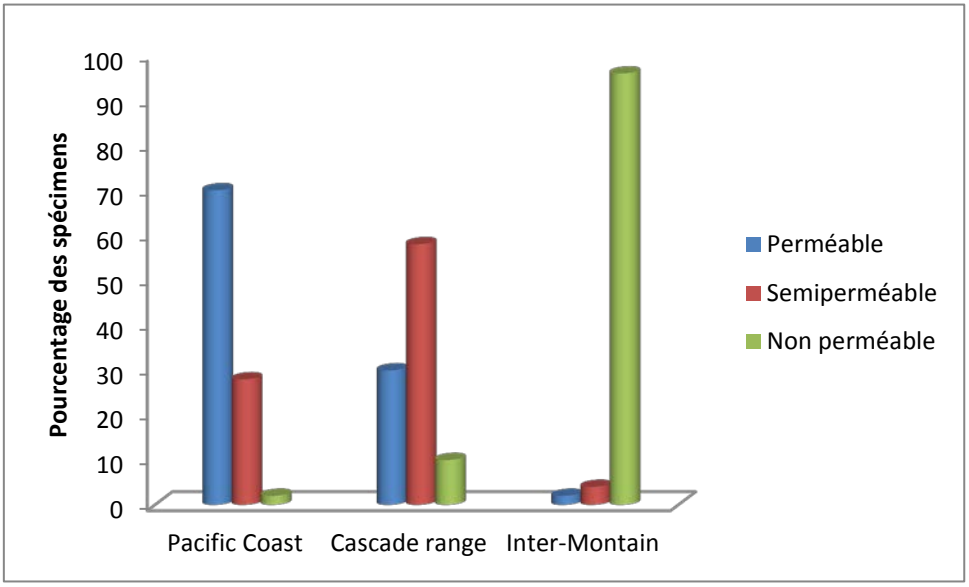


Figure II 1. *Répartition par région des spécimens de Douglas imprgénable, semi imprgénable et non imprgénable (American Wood-Preservers'Association)*

II.2. Caractérisation de la non-imprégnabilité de Douglas vert

II.2.1 Matériels et méthodes

Dans le but de comprendre les différents comportements du bois vert de Douglas, aubier et duramen à l'imprégnabilité à l'eau, nous avons étudié sa cinétique de reprise en eau fraiche par immersion simple et pour différents longueurs d'échantillon. Le choix de faire varier la longueur de l'échantillon est utile pour bien vérifier que le plan préférentiel d'entrée de l'eau est bien la coupe transversale (ouverture des fibres) et non les cotés longitudinaux (radial et tangentiel). Ces 2 plans transversaux ne varient pas en fonction de la longueur. Nous nous attendons ainsi à obtenir des résultats similaires. Si tel n'était pas le cas, cela signifierait que les plans longitudinaux contribuent de façon non négligeable à l'imprégnation.

II.2.1.1 Préparation des échantillons

Les échantillons étudiés proviennent d'une planche centrale coupée en quartier (figure II.2) prélevée sur un billon de 1 m de longueur à partir de la base d'un Douglas fraichement abattu

(Humidité d'abattage 32%), de la forêt de Montsauche les Settons à Morvan (71) au Nord-Est du massif central, France. L'arbre choisi est d'un diamètre de 0,48 m à 1,3 m à partir de la base. Trois dimensions d'échantillon jumeaux ont été testés : 2x2x2 cm^3, 2x2x4 cm^3 et 2x2x8 cm^3 orientés respectivement en R x T x L (Radial, Tangentiel et Longitudinal). Les échantillons (10 échantillons par longueur et par nature du bois) sont issus des baguettes de 2 x 2 x 100 cm prélevées au niveau du duramen (planchette H8, figure II.3) et d'aubier (planchette H11, figure II.3). Le choix des dimensions des échantillons est basé sur le rapport entre la longueur et la section d'un billion prêt à être déroulé. Les différentes longueurs ont été testées afin d'étudier l'effet de la longueur sur la cinétique d'imprégnation.

A la fin de l'expérience, 5 échantillons de duramen testés par longueur ont été coupés transversalement en petites plaquettes de 5 mm d'épaisseur afin de suivre l'évolution de l'humidité suivant la longueur. L'épaisseur de 5mm est obtenue à l'aide d'une petite scie à ruban

L'utilisation de la scie à ruban n'est pas anodine, surtout pour la découpe de petites pièces. Pour cela nous avons monté un système d'usinage qui permet d'usiner des petites pièces tout en protégeant les mains de l'opérateur de la scie en mouvement.

Le montage comprend un passage de 20 mm de large pour laisser juste passer l'éprouvette. Celle-ci est arrêtée en translation par une butée. La butée permet donc d'effectuer la découpe la plus régulière possible. (Figure II.4).

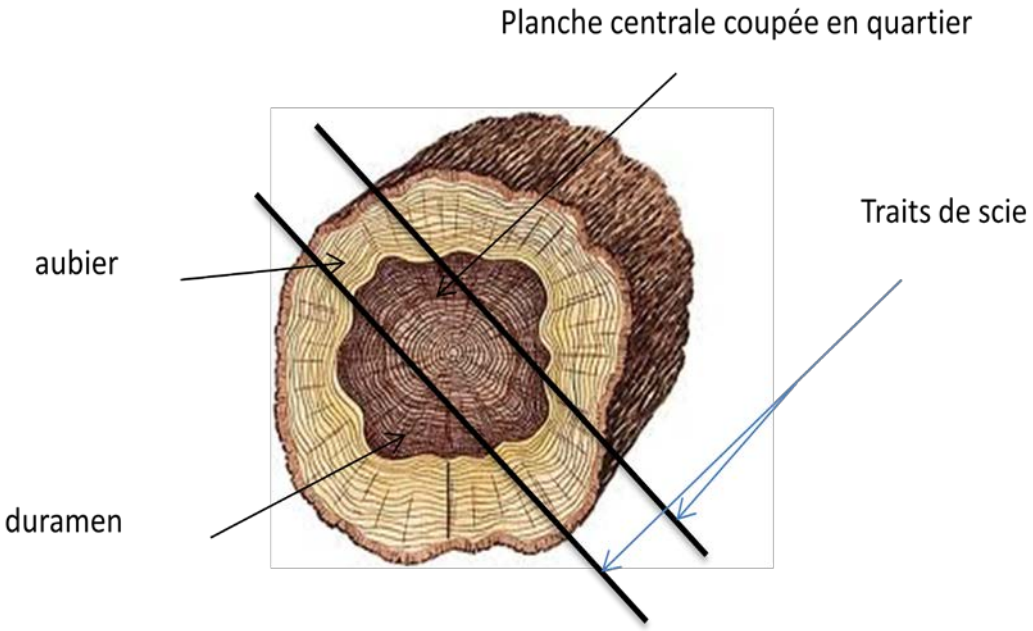


Figure II 2. *Coupe sur quartier de notre planche radiale*

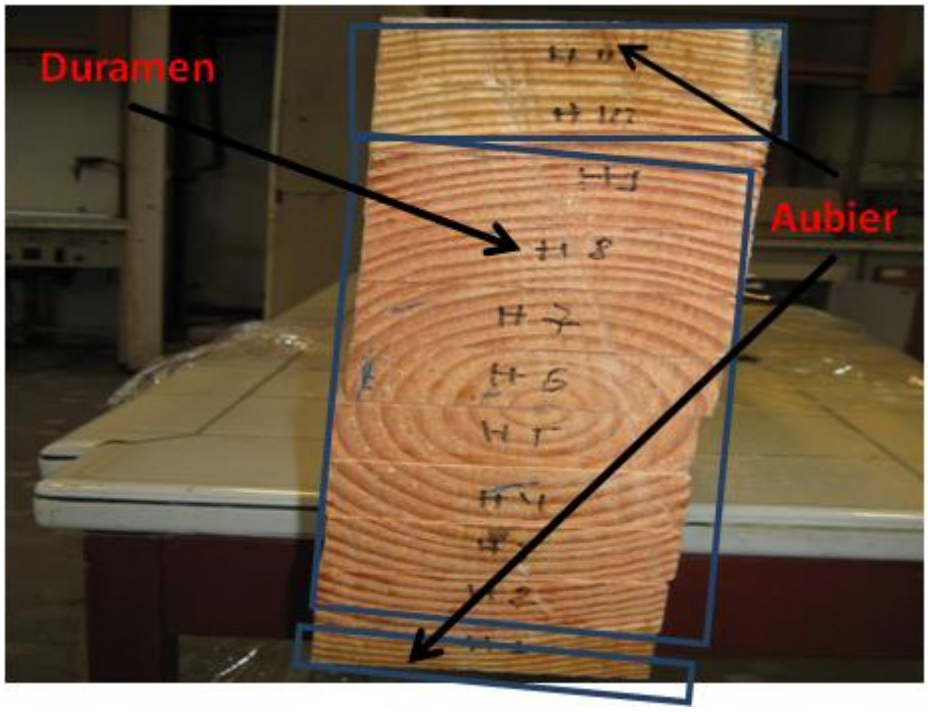


Figure II 3. *Planches radiales d'un Douglas fraichement abattu. (Duramen = H2 à H9, Aubier = H1, H11 et H12)*

Figure II 4. *Résultants de la découpe :*
(a) Coupe d'échantillons, (b) Montage d'usinage. (c) Echantillons de 4-5 mm d'épaisseur

II.2.1.2 Méthode

La méthode consiste simplement à immerger les échantillons frais de différentes longueurs dans de l'eau à température ambiante et à pression atmosphérique (figure II.5) durant 120h. La durée de 120 h est supposée très suffisante pour atteindre l'état de saturation sur des petits échantillons de 2 x 2 cm de section

Le suivi de l'évolution de l'humidité globale est effectué sur des échantillons entiers, tandis que celui de l'humidité axiale est réalisé sur des plaquettes de 5 mm d'épaisseur. La mesure est basée sur des pesées successives de la masse en fonction du temps. A la fin de l'expérience, la totalité des échantillons d'aubier et la moitié des échantillons de duramen sont placés dans une étuve ventilée réglée à 103 °C jusqu'à stabilisation de la masse (environ 72h) pour obtenir la masse anhydre. L'autre moitié des échantillons de duramen, soit 5 échantillons par longueur, sont coupés transversalement en plaquettes de 5 mm d'épaisseur, chaque plaquette est pesée puis déposées dans l'étuve ventilée103 °C pour séchage complet. La méthode de détermination de l'humidité est celle de la double pesée. L'une à l'état vert après immersion, l'autre à l'état anhydre.

La formule (1) a été utilisée :

$$H\ (\%) = \left(\frac{Ms - M0}{M0}\right) * 100 \qquad (1)$$

Avec Ms = masse initiale M0 = masse anhydre

La masse anhydre est mesurée après séchage dans une étuve à 103°C à l'aide d'une balance de précision 10^{-3} g.

Figure II 5. *Immersion d'échantillons dans l'eau*

II.2.2 Résultats et discussions

II.2.2.1 Humidité globale

L'évolution de l'humidité absolue du Douglas en fonction du temps est présentée sur la figure II.6. La figure II.7 permet de visualiser l'effet de la longueur de l'échantillon sur l'humidité obtenue après 124 h de trempage. Sur la figure II.6, pour un temps nul on peut lire les humidités absolues initiales du Douglas et constater que le duramen est bien un bois sec (25%, humidité d'un bois commercialisé comme sec pour la charpente). L'aubier a une humidité très supérieure (55 - 65%) sa dispersion initiale peut-être expliquée par la variabilité naturelle de l'humidité dans un bois vert.

La figure II.6 montre également que les deux groupes d'échantillonnage aubier et duramen sont facilement identifiables. Le duramen étant le plus sec, l'aubier le plus humide. Ces deux groupes restent bien distincts durant le processus d'imprégnation à l'eau. L'aubier déjà humide s'imprègne régulièrement. Le Duramen plus sec à l'état vert s'imprègne également sans combler son retard initial.

L'effet de la longueur des échantillons est presque nul. En effet si l'on regarde dans le détail en commençant par le groupe aubier, les échantillons de différentes longueurs conservent leurs écarts initiaux d'humidité à l'état vert. Leurs cinétiques de reprise en eau sont comparables. Pour le groupe duramen l'observation est la même, ils conservent leurs écart initiaux (très faibles), mis à part les échantillons de longueur 2 cm qui ont tendance à reprendre de l'eau plus vite. Il est difficile à ce stade d'offrir une explication à cette particularité qui peut être due à un échantillonnage imparfait concernant la nature

aubier/duramen de cette série : une légère présence d'aubier dans le duramen pourrait expliquer ce phénomène. Au final la reprise en eau n'est pas dépendante de la longueur de l'échantillon, on peut donc en conclure que comme nous l'attendions et en accord avec la littérature, le plan d'entrée de l'eau dans une planche de bois est le plan transverse (radial x tangentiel). Ce plan est celui de l'ouverture des fibres, plan de passage de la sève brute.

Si l'on analyse les courbes sur un plan industriel d'imprégnation pour le déroulage du Douglas, on observe qu'après 20 h d'immersion, seuls les échantillons de duramen de 2 cm de longueur ont dépassé les 40% (humidité moyenne d'un duramen de Douglas) d'humidité (avec les réserves émises plus haut concernant cette série). Les spécimens de 4 et 8 cm de long présentent toujours une humidité inférieure à 40% et ne dépassent cette valeur qu'après 48 h d'immersions. Ces temps sont globalement très largement supérieurs aux attentes d'un industriel de la filière. Il est difficilement concevable de réaliser des temps de trempage de plusieurs jours, pour des temps de déroulage ne dépassant pas la dizaine de minute. D'autant plus que la configuration de nos essais est extrêmement favorable en comparaison à celle de industrie. En effet le ratio : masse/surface du plan transverse, est très faible ($4g / 4cm^2 = 1$) par rapport à celui d'un billon de l'industrie ($50\,000g / 1000cm^2 = 50$). Et comme le plan transverse est le paramètre limitant de l'entrée de l'eau, il est préférable que ce paramètre soit le plus grand possible par rapport à la masse à imprégner.

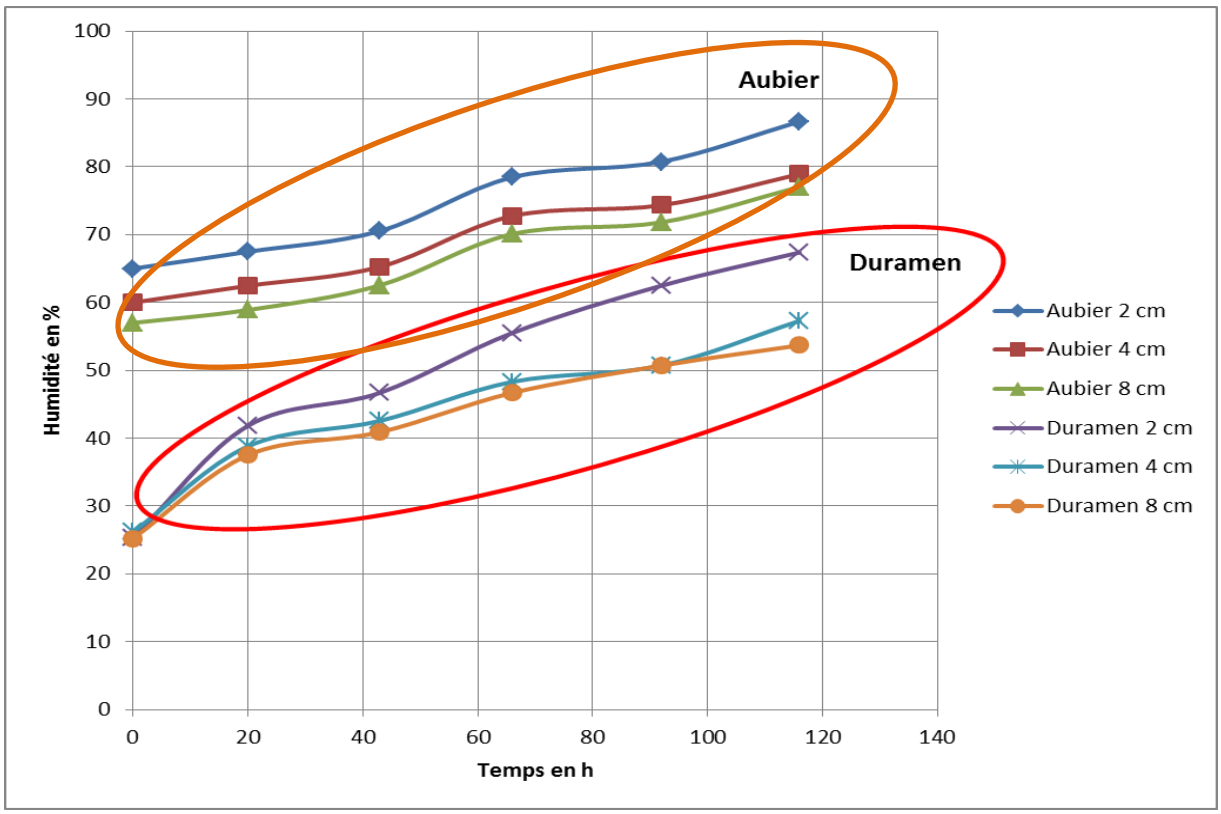


Figure II 6. *Evolution de l'humidité absolue du Douglas en fonction du temps après immersion dans l'eau*

En conclusion, il existe bien une problématique d'imprégnation du duramen de douglas sec à l'état naturel. L'aubier naturellement humide s'imprègne facilement d'eau portant ainsi son humidité absolue dans des domaines proches de la saturation de la fibre. Le duramen qui lui aussi est imprégable dans les mêmes proportions que l'aubier, n'arrive pas à combler son retard, le rendant ainsi impropre à l'opération de déroulage. Cette observation est nouvelle : on parle souvent de mauvaise imprégnabilité du duramen, pour notre part nous observons une imprégnation initiale très faible (sécheresse à cœur) avec une reprise en eau dont la cinétique est proche de celle de l'aubier, mais qui n'arrive pas à combler l'écart initial d'humidité aubier/duramen. Ces observations sont probablement à relativiser en raison du facteur forme que nous avons évoqué plus haut. Le fait que le bois reprenne au global de l'eau en élevant ainsi son humidité absolue ne nous donne pas d'information sur la répartition de cette eau dans la planche. Pour qu'un déroulage soit efficace l'humidité doit être supérieure en tout point à une valeur critique (50 – 55 %). Si l'eau imprégnée ne s'est pas propagée dans la planche et n'est restée qu'à proximité des plans d'entrée, on pourra alors caractériser l'imprégnabilité du Douglas de mauvaise.

II.2.2.2 Humidité axiale

Les graphiques de répartitions de l'humidité le long des éprouvettes, suivant l'orientation axiale de l'arbre et de la planche, du duramen de Douglas, permettent de visualiser la longueur d'imprégnation et la répartition de la teneur en eau par tranche d'échantillon.

Les courbes présentées sur les figures II.7 à II.9 nous montrent que la répartition de l'humidité axiale peut être décrite de la manière suivante. Au niveau des plans transverses (extrémités des courbes suivant l'axe des x) une forte humidité égale au point de saturation des fibres est mesurée. Ces plans transverses sont, comme on l'a vu plus haut, les principaux plans d'entrée de l'eau. Les profils des gradients d'humidités sont à peu près équivalents sur les 3 courbes et les 6 plans transverses .Au-delà d'une certaine épaisseur ; 10 - 15 mm, l'humidité retrouve sa valeur initiale du bois de duramen vert : inférieure à 40 %. Il est donc clair que nos trois lots de duramen, même si au global leur humidité globale à notablement augmentée (paragraphe précédent) sont très faiblement imprégnés, la présence en eau est limitée à la proximité des plans transverses et cela après une très longue exposition à l'eau : 116 h. Le Duramen a donc repris de l'eau au global, mais de façon très inégale. L'eau qui pénètre par les plans transverse, diffuse très peu au-delà, et reste proche de la surface d'entrée. Cette observation est primordiale pour le processus de déroulage. Même si après un temps très long d'immersion dans l'eau l'humidité globale de l'échantillon devient proche des recommandations du secteur industriel (supérieur à 40 %), la répartition en eau, laisse une sécheresse à cœur rendant le bois impropre au déroulage. Cette seconde série de mesure en bien en accord avec la littérature, qualifiant le duramen de Douglas comme peu imprégnable. Les profondeurs de pénétration observées, dans une géométriques configuration favorable (facteur de forme, voir paragraphe précédente), sont très largement insuffisantes : environ 1 à 1,5 cm pour des billons industriels de 100 cm.

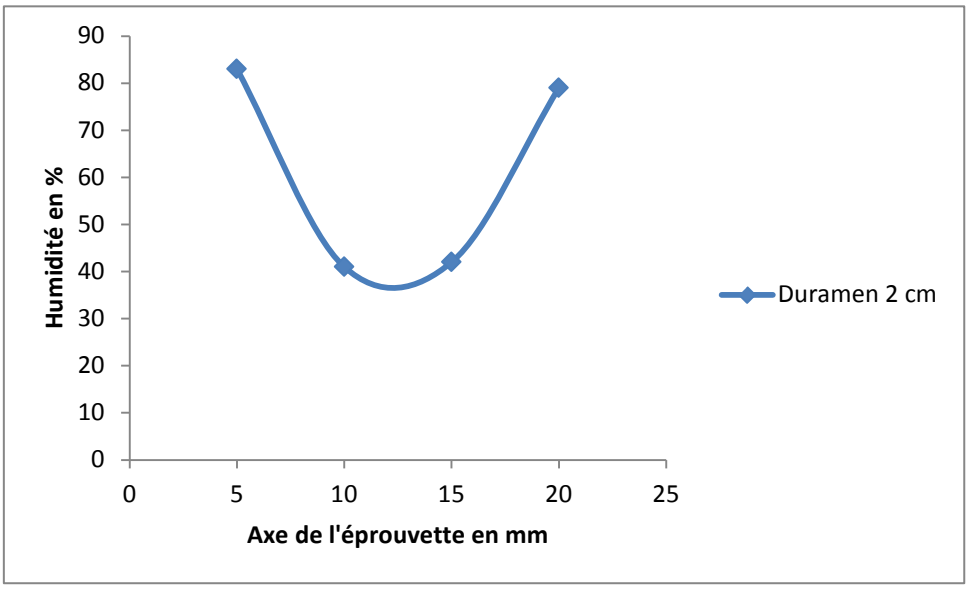


Figure II 7. *Evolution de l'humidité axiale dans l'échantillon de duramen de 2 x 2 x 2 cm*^{3}

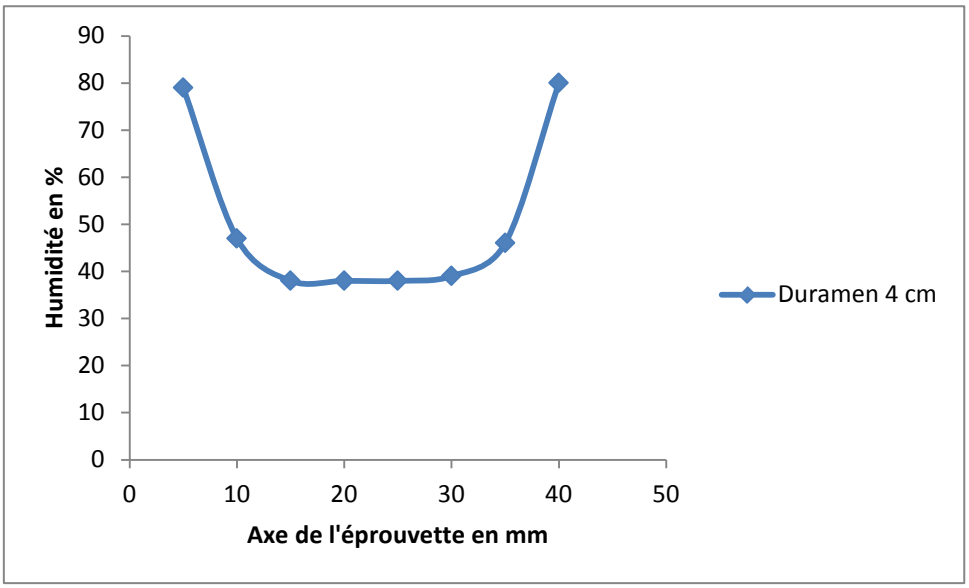


Figure II 8 . *Evolution de l'humidité axiale dans l'échantillon de duramen de 4 x 2 x 2 cm*^{3}

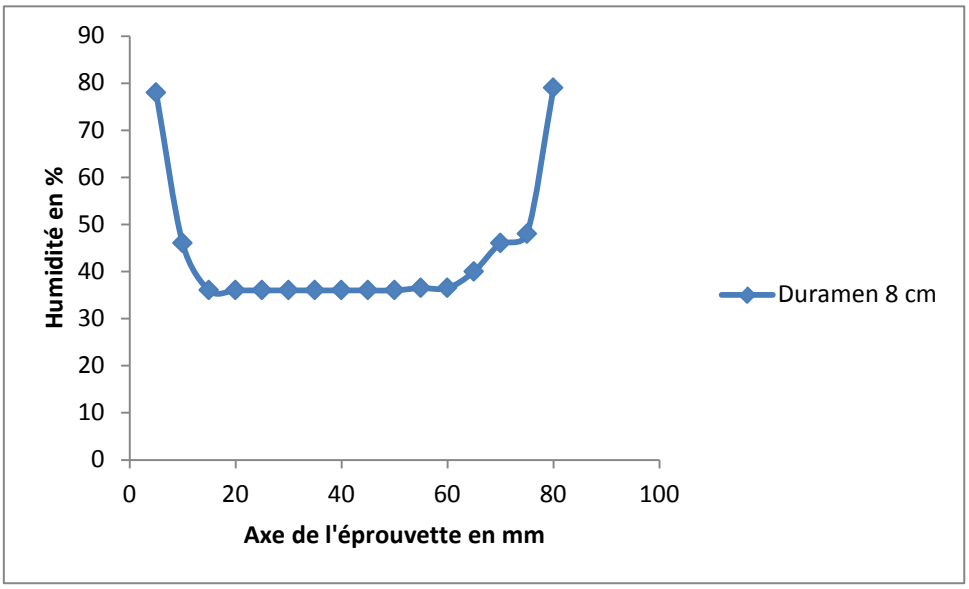


Figure II 9. *Evolution de l'humidité axiale dans l'échantillon de duramen de 8 x 2 x 2 cm*^{3}

II.2.3 Conclusion

Cette première série de mesure montre bien la difficulté de faire pénétrer de l'eau dans le duramen du Douglas et confirme bien le caractère refractère à l'eau qu'il possède lors de son étuvage (chauffage) à l'eau. Il est possible de faire pénétrer de l'eau dans le duramen de Douglas avec des cinétiques proches de celle de l'aubier, mais la très mausaise diffusion de cette eau suivant l'axe des fibres ne permet pas d'atteindre une humidité homogène accéptable pour le processus de déroulage. Notre constat est donc celui de la littérature : le duramen de Douglas est très peu imprégnable le rendant impropre au déroulage. Cette constatation justifie notre étude qui vise à tester des procédés d'amélioration de l'imprégnabilité du duramen de Douglas.

II.3. Analyse chimique

La mauvaise imprégnabilité est observée principalement au niveau du duramen. Comme constaté dans le paragraphe précédent, dans l'aubier, le bois est parfaitement humide et imprégnable alors que le duramen reste difficilement imprégnable.

Rappelons que quand le bois d'aubier se transforme en duramen, des modifications chimiques ; dépôt de substances phénoliques, disparition de l'amidon et physiques : formation de thylles dans les vaisseaux des angiospermes et blocage des ponctuations aréolées chez les gymnospermes, accompagnent cette transformation. Ces modifications physico-chimiques,

pourraient être, selon plusieurs auteurs (Perré et Karimi, 2002 ; Polge, 1982 ; Keller, 1994), à l'origine de la mauvaise perméabilité du duramen.

La différence très nette de l'humidité et de l'imprégnabilité observées entre aubier et duramen laisse penser comme première supposition que la duraminisation, si elle n'est pas le principal responsable, pourrait avoir une influence quant au comportement du bois vis-à-vis de l'eau. Le caractère hydrophobe de certains bois est dû essentiellement à leurs extraits intrinsèques, ces substances chimiques élaborées lors de la duraminisation jouant un rôle très important dans la mouillabilité du bois et influençent fortement le bilan énergétique de sa surface ce qui complique l'étude et les mesures de l'angle de contact par exemple.

En général, la perméabilité du bois dans les cernes fraichement formés est très élevée. Cependant, avec l'âge ces même cernes se duraminisent et par conséquent les extraits viennent se déposer dans le lumen des cellules et au niveau des membranes des ponctuations. Polge (1982), rapporte que ces extraits tendent à bloquer le flux des fluides dans le bois de cœur et expliquent ainsi la différence de perméabiliténtre aubier et duramen.

Différentes expériences ont été menées afin de mettre en évidence les différences supposées du point de vue chimique entre duramen et aubier.

II.3.1 Matériels et méthodes

Les analyses que nous avons réalisées comprennent la détermination des taux des différents constituants du bois, ainsi que leur isolement et caractérisation. Le bois est chimiquement hétérogène et ses composants peuvent être divisés en deux groupes : d'une part, les composants non structuraux de bas poids moléculaire (extraits et composés inorganiques) qui peuvent changer en quantité et en nature entre aubier et duramen et d'autre part, les composants structurels de poids moléculaire élevé (cellulose, hémicelluloses et lignine), qui sont les principaux composants de la paroi cellulaire et leur concentration dans un bois normal reste dans les mêmes proportions dans l'aubier que dans le duramen et ne change que d'une zone à l'autre à l'intérieur de la paroi cellulaire (paroi primaire, paroi secondaire avec ses trois couches S1, S2 et S3). Par contre dans le bois de compression, les composants structurels de poids moléculaire élevé peuvent changer (Saka, 2001). Dans le bois de compression des résineux en général, le taux de la lignine augmente et le taux d'holocellulose diminu.

La connaissance de la répartition des composants chimiques dans les parois de la cellule est d'une grande importance pour la compréhension des propriétés d'imprégnation du bois.

Les différentes analyses chimiques suivantes ont été effectuées à partir d'échantillons d'aubier et de duramen prélevés sur les mêmes baguettes qui ont servies aux essais d'imprégnabilité (paragraphe II.2) :

- taux de lignine et d'holocellulose (biopolymères principaux constituant du bois)
- taux d'extraits naturels: nous avons utilisé plusieurs types de solvants : toluène/éthanol (T/E, solvants apolaires), acétone ou dichloromethane (solvants polaires), de natures différentes afin d'extraire la totalité des extractibles présents dans l'aubier et le duramen du Douglas,
- analyse des extraits avec une chromatographie en phase gazeuse couplée à un spectromètre de masse (GC-MS) de type PERKIN ELMER CLARUS 500, de façon à en déterminer la nature.

II.3.1.1 Méthodes

Les taux d'holocellulose et de lignine ont été déterminés en utilisant les procédures décrites par Marchetti (1998). La délignification et l'hydrolyse acide sont effectuées après élimination des extraits totaux par extraction des échantillons en premier lieu avec le mélange toluène/éthanol (2/1, v/v), puis à l'éthanol absolu.

II.3.1.1.1 Extraction

Les éprouvettes de bois choisies ont été broyées en sciure fine et tamisées pour obtenir une poudre de granulométrie comprise entre 0,2 et 0,5 mm.

La sciure ainsi obtenue a été mise à l'étuve à 105 °C jusqu'à la stabilisation de sa masse. Chaque lot de sciure est alors extrait au Dionex ASE 200 (Accelerated Solvent Extractor) (pression = 103 bar, température = 100 °C) pendant 3 cycles de 5 min chacun. L'extraction a été faite pour éliminer la totalité des extraits de la matrice en utilisant le mélange toluène/éthanol (v/v - 2/1) puis l'éthanol et pour quantifier le taux d'extraits. Après extraction, le solvant a été évaporé et les extraits ont été récupérés. Le taux d'extraits est déterminé par l'équation 6.

$$\mathbf{E\ (\%) = (m_0 - m_1) / m_0} \qquad (6)$$

Avec m_0 est la masse de la sciure avant extraction et m_1 sa masse après extraction.

Quand l'objectif des manipulations était d'analyser les différentes familles d'extractibles, plusieurs extractions étaient réalisées de manière successives avec des solvants de polarité

croissante afin de fractionner les extractibles et ainsi faciliter leur identification par chromatographie.

Une extraction au dichlorométhane a été effectuée avec le même principe afin de déterminer le taux en extraits apolaires.

II.3.1.1.2 Détermination du taux d'holocellulose

La fraction d'holocellulose est isolée en dégradant la lignine à l'aide de chlorite de sodium en milieu acide. 500 mg de sciure de bois sec préalablement débarrassés de ses extraits, sont placées dans un ballon de 100 mL contenant 30 mL d'eau distillée. L'ensemble est chauffé à 75°C, puis 0,1 ml d'acide acétique glacial et 2 mL de chlorite de sodium (15 %) sont ajoutés chaque heure durant 7 heures. Au bout de ce temps de réaction, le mélange est filtré sur un entonnoir Büchner et le résidu blanc d'holocellulose resté sur le filtre est lavé avec 100 mL d'eau distillée. L'holocellulose est ensuite extraite au soxhlet durant 2 heures avec de l'éthanol à 95 %, puis séchée à 103°C pendant 48 heures. Sa masse est déterminée (m_{hollo}) en mg. Le taux d'holocellulose est déterminé par l'équation 7.

$$\textbf{Taux d'holocellulose (\%)} = (m_{hollo}/\ 500) \times 100 \qquad (7)$$

II.3.1.1.3 Détermination du taux de lignine de Klason

La fraction de lignine est obtenue en éliminant les polysaccharides par hydrolyse acide. 500 mg de sciure de bois sec sans extraits sont placés dans un ballon de 100 mL. 10 mL d'acide sulfurique à 72 % sont rajoutés à la sciure et le mélange est maintenu durant 4 heures à température ambiante sous agitation mécanique. Après les 4 heures de pré-hydrolyse, le milieu est dilué avec 60 mL d'eau distillée, puis chauffé à reflux durant 4 heures pour compléter l'hydrolyse. Après hydrolyse, le mélange réactionnel est filtré sur un entonnoir Buchner et le résidu noir de lignine de Klason obtenu est lavé avec de l'eau distillée pour éliminer les traces d'acide. Le résidu est séché à 103°C jusqu'à masse constante pendant 48 heures ($m_{lignine}$ en mg).

Le taux de lignine de Klason est déterminé selon la formule 8.

$$\text{Taux de lignine de Klason (\%)} = (m_{lignine}/\ 500) \times 100 \qquad (8)$$

II.3.1.1.4 Chromatographie gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (GC - MS)

La séparation et l'identification des produits contenus dans les extraits naturels du Douglas, ont été réalisées sur une chromatographie en phase gazeuse couplée à un spectromètre de masse (GC-MS) de type PERKIN ELMER CLARUS 500, pilotée par le logiciel TurboMass v.5.4.2 disposant d'une base de données NIST MS Search 2.0 (2005). La phase stationnaire est une DB-5MS (longueur : 30 m ; diamètre : 250 µm ; épaisseur du film : 0.25 µm) dans laquelle circule de l'hélium à 1 $mL.min^{-1}$. Le programme du four est d'une durée totale de 40 mn, comprenant un palier à 80 °C (10 min), puis 190 °C (15 min), puis 280 °C (10 min) et enfin un dernier palier à 300 °C (5 min) avec une vitesse de chauffe de $25°C.min^{-1}$ entre chaque palier. Ce système nous permet une séparation des différents extractibles via l'affinité de ceux-ci pour la phase stationnaire, puis une détermination des composés grâce aux masses des ions générés via le spectre de masse.

II.3.2. Résultats

II.3.2.1. Détermination du taux d'extrait dans l'aubier et le duramen de Douglas

Trois extractions successives ont été effectuées sur le Douglas. La première extraction est réalisée au dichlorométhane qui est un solvant plutôt apolaire, capable de solubiliser les molécules organiques lipophiles. Une deuxième extraction est effectuée à l'acétone qui est moyennement polaire puis une dernière est réalisée au toluène – éthanol (2/1 v/v), qui est un mélange capable d'extraire tous les autres composés, notamment les hydrophiles. Les résultats sont présentés dans la figure II.10.

Les résultats trouvés sont différents de ce que nous attendions. Il y a en effet plus d'extraits dans l'aubier que dans le duramen sauf pour les extraits au dichloromethane où il y a une legère supériorité pour le duramen. Nous constatons donc que la quantité totale des extraits ne pourra pas être le facteur limitant de l'imprégnabilité du Douglas. Cependant la présence dans le duramen d'une proportion supérieure de composés lipophiles pourrait expliquer une diminution de l'affinité pour les phases aqueuses et irait dans le sens d'un affaiblissement de l'imprégnabilité.

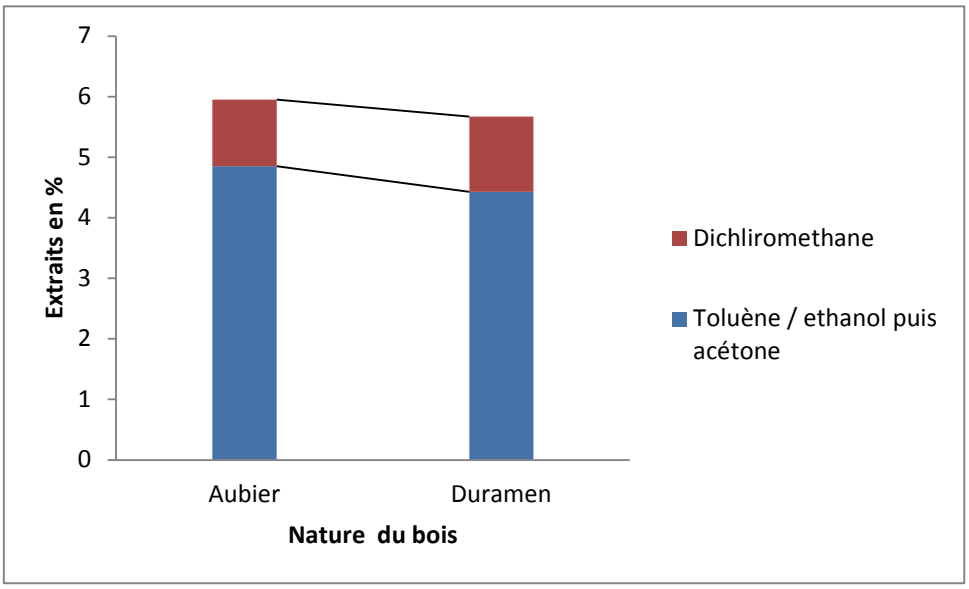


Figure II 10. *Pourcentage d'extractibles natureles apolaire et polaire contenus dans le Douglas, aubier et duramen. Extraction au dichloromethane (Dich) et Toluène – Ethanol puis Acétone (T.E.A). : Aubier Duramen*

II.3.2.2. Détermination du taux d'holocellulose dans l'aubier et le duramen du Douglas

La détermination du taux d'hollocellulose est réalisée par la méthode de délignification au chlorite de sodium. La figure II.11 présente l'évolution du taux d'hollocellulose de l'aubier au duramen qui diminue d'à peu prés 3%.

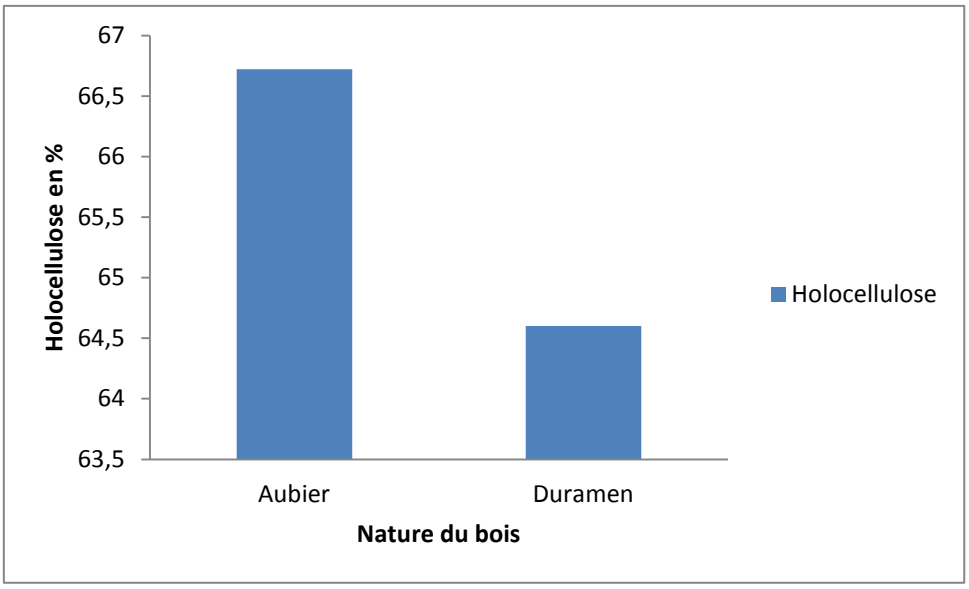


Figure II 11. *Pourcentage d'holocellulose dans l'aubier et le duramen du Douglas*

On peut atribuer cette legère différence du taux d'olocellulose entre l'aubier et le duramen par la présence de plus de bois de compression dans le duramen. S'il a plus d'holocellulose dans l'aubier que dans le duramen, cela pourrait signifier que le duramen est moins hydrophile que l'aubier, puisque les polysaccharides ont une grande affinité pour l'eau. Cependant, la différence entre les deux types du bois étant relativement faible, il apparait difficile de lui attribuer l'origine de la différence d'imprégnabilité.

II.3.2.3. Détermination du taux de la lignine de Klason (TLK), aubier et duramen du Douglas

La figure II.12 présente le taux de la lignine de Klason des échantillons d'aubier et de duramen. Le contenu de lignine de Klason dans l'aubier est très legèrement inférieur à celui du duramen. Cette valeur superieure était prévisible puisque l'holocellulose était en quantité légérement supérieure pour l'aubier. Mais il convient d'admettre que la différence étant ici tellement faible, qu'il est délicat d'utiliser ce résultat pour tenter d'expliquer la différence de comportement vis-à-vis de l'eau de l'aubier et du duramen.

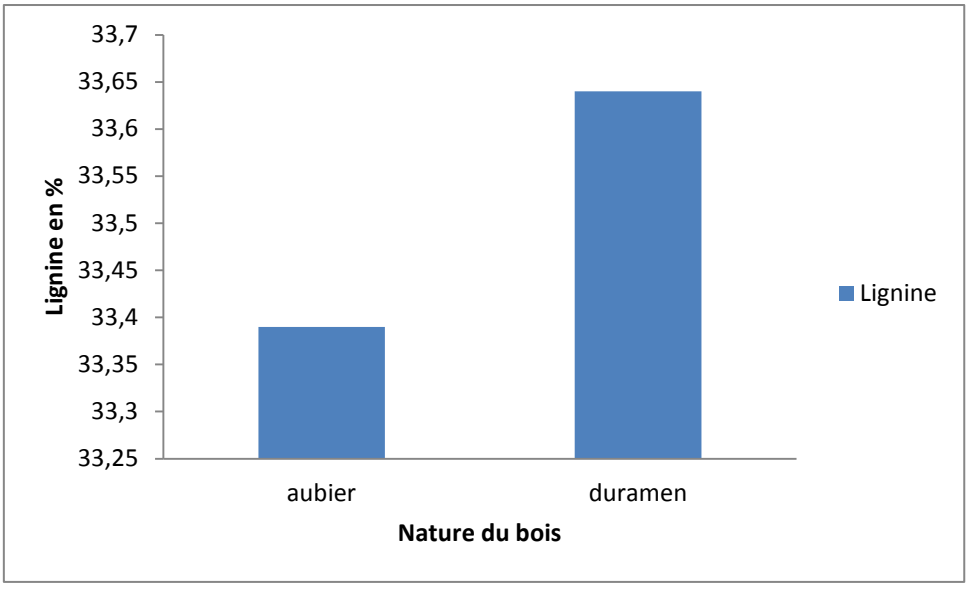


Figure II 12. *Pourcentage lignine dans l'aubier et le duramen du Douglas*

Nous restons tout de même très prudent sur ces résultats, ils porronts être spécifiques seulement pour les échantillons étudiés.

II.3.2.4. Analyse par GCMS

Dans notre cas, nous n'avons pas effectué une étude chimique fine des différents constituants, mais nous avons essayé d'identifier des points de différence entre les composants phénoliques de l'aubier et ceux du duramen et plus généralement entre leur profil chromatographique (Fig. II.13).

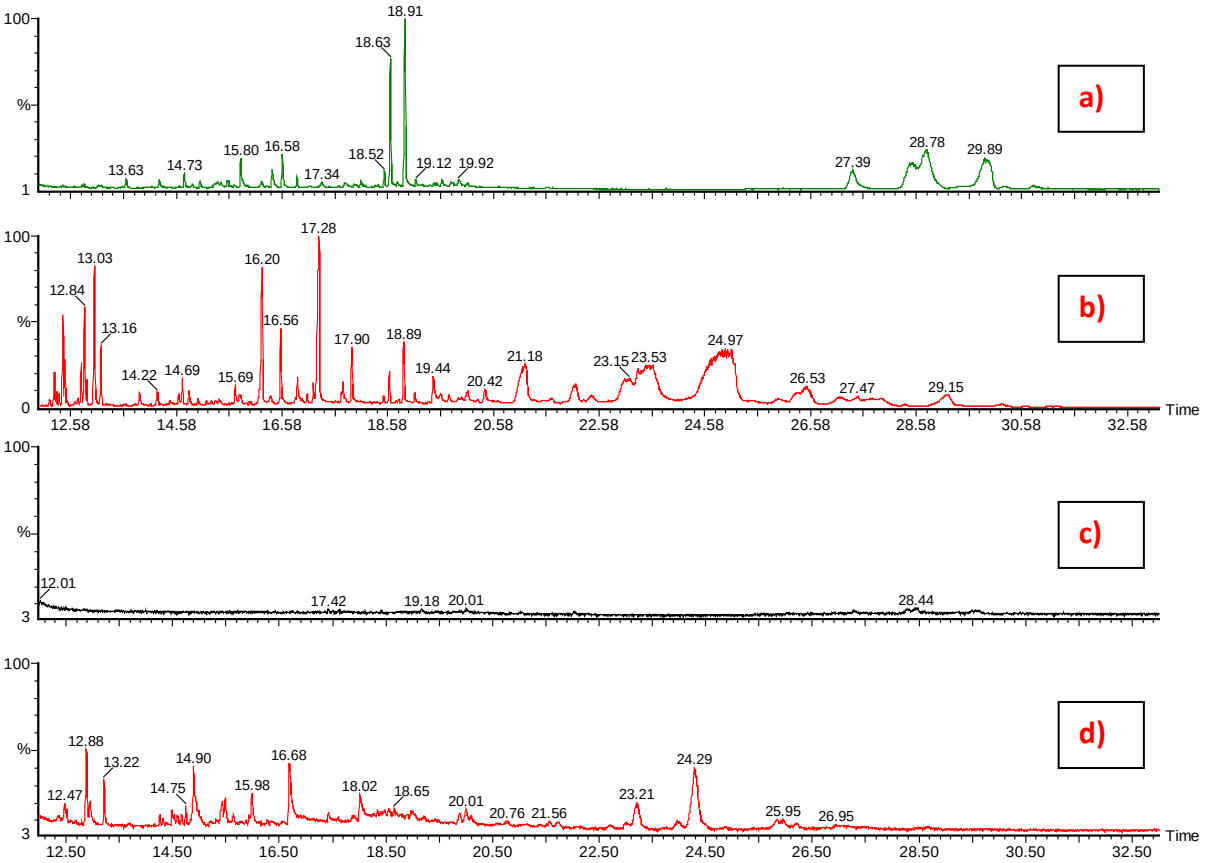


Figure II 13. *Spectre GC-MS : a) Extrait aubier (T/E), b) Extrait duramen (T/E), c) Extrait aubier (acétone) et d) Extrait duramen (acétone)*

Globalement, les extraits au toluène/éthanol sont les plus intéressants, les extraits acétoniques montrant beaucoup moins de produits détectés. Les extraits au dichlorométhane ne conduisant à aucun signal exploitable, peut-être du fait d'une trop grande volatilité, ils ne sont donc pas présentés ici.

Il est possible de distinguer quelques grandes familles de composés chimiques communes à tous les extraits, en fonction du temps de rétention : entre 12 et 14 min apparaissent des monosaccharides, suivis par des acides résiniques entre 18 et 19 min, des polyphénols entre 21 et 25 min et enfin des dérivés de stérols entre 27 et 30 min.

Malgré des taux d'extraits similaires, il semble y avoir plus de variétés de structures dans le duramen que dans l'aubier. Le profil de l'aubier est plus propre (figure II.13.a), il montre essentiellement des acides résiniques ainsi que des stéroïdes.

Le duramen se révèle beaucoup plus riche avec surtout des polyphénols et des monosaccharides (figure II.13.b).Il n'est cependant pas possible d'attribuer formellement la différence d'imprégnabilité à ces différences de composition chimique.

Pour étudier l'effet des extraits intrinsèques du bois sur son imprégnabilité à l'eau, nous avons mis en place une filière d'essais qui consiste à imprégner par trempage simple des échantillons de duramen de Douglas de 2 x 2 x 4 cm^3 en RTL. Avant le cycle d'imprégnation, les échantillons à l'état vert ont subit une extraction de 48h au toluène (1v) /éthanol (2v) pendant 24h et à l'acétone pendant 24h). Par la suite, ils ont été mis pendant 24 heures dans un séchoir ventilé à 103°C afin de débarrasser du solvant imprégné au bois au cours de l'opération d'extraction. A l'état anhydre, ils sont immergés dans l'eau à température ambiante. La totalité des échantillons ont passé environ 120 h sous l'eau. Des prises de masse pour chaque échantillon ont été effectuées en fonction du temps.

Les résultats ont montré ce que nous attendions (figure II.14), l'imprégnabilté des échantillons extraite est supérieur à celle des échantillons témoins. Nous présentons les résultats de ces essais avec réserve car l'extraction nécessite un séchage préalable jusqu'à l'état anhydre alors que nous travaillons sur l'amélioration de l'imprégnabilité à partir de l'état vert. L'amélioration de l'imprégnabilté observée est difficile à l'attribuer au départ des extraits du bois puisque le séchage thermique peut à son tour provoquer des ouvertures et libérer des voies et ainsi augmenter l'écoulement d'eau à l'intérieur de l'échantillon.

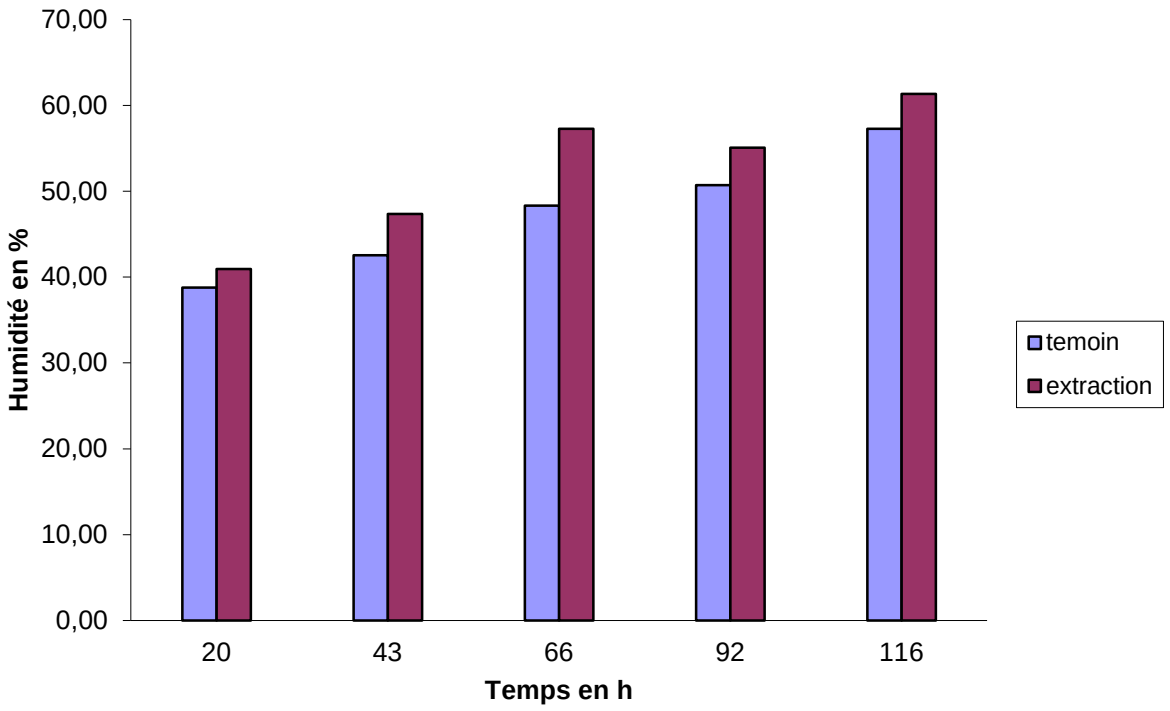


Figure II 14. *Evolution de l'humidité dans de échantillons de duramen de Douglas de 2 x 2 x 4 cm*^{3}

II.3.3. Conclusion

Les analyses chimiques réalisées nous ont apportées quelques informations précieuses sur la composition chimique du bois du Douglas. Elles ont montré qu'il y a légérement plus d'holocellulose dans l'aubier et plus de lignine dans le duramen. On peut aussi retenir que les polysaccaharides sont plus hydrophiles que la lignine rendant ainsi par leurs légères différences de teneur le dumanen légèrement plus hydrophobe. Cela confirme l'intervention de la composant chimique dans le problème d'imprégnabilité du duramen du Douglas.

Les profiles obtenus par GC, montrent qu'il y a presque les mêmes composés volatils entre aubier et duramen mais beaucoup moins en dans l'aubier que dans le duramen, à moins que d'autres composés non détectables par cette technique, tels que les graisses,soient présents.

Pour mieux comprendre le caractère réfractaire à l'eau du bois de duramen, nous allons essayer dans le paragraphe suivant de chercher des éléments de réponses au niveau anatomique à une échelle microscopique. L'identification de l'état des ponctuations aréolées (ouvertes ou obturées) entre aubier et duramen pourrait nous aider à expliquer la différence d'imprégnabilité entre aubier et duramen. Rappelons que les ponctuations aréolées sont considérées comme la principale voie de migration de l'eau dans le bois des résineux.

II.4. Etude anatomique de l'aubier et de duramen

La structure anatomique du bois influence fortement le mécanisme de migration du liquide. Cette structure révèle une variabilité du matériau selon l'essence, la provenance et la partie considérée de l'arbre (aubier, duramen, bois initial, bois final, bois de réaction etc…). Plusieurs auteurs ont constaté une différence très significative de la perméabilité entre l'aubier et le bois parfait de plusieurs espèces (voir paragraphe I.2.2). Le Douglas n'y fait pas exception. Dans ce paragraphe nous allons essayer de revoir les principales caractéristiques anatomiques du bois du Douglas à travers un ensemble d'observations microscopiques effectuées sur trois plans perpendiculaires : coupe transversale perpendiculaire à l'axe de la tige, coupe radiale dans un plan passant par la moelle et coupe tangentielle dans un plan excentré et parallèle à l'axe de la tige. Les trois directions axiale, radiale et tangentielle choisies sont en fait les directions d'anisotropie du bois.

II.4.1 Matériels et méthodes

II.4.1.1 Préparation des échantillons

Les échantillons sont des petits cubes de 5 x 5 x 5 mm^3 en R x T x L, prélevés au niveau de duramen et au niveau de l'aubier de notre Douglas fraichement abattu. Selon le plan d'observation choisi (transversal, radial-longitudinal ou tangentiel-longitudinal), les faces sont préparées à l'aide d'un microtome à glissière et passées directement sans aucun traitement préalable au Microscope Electronique à Balayage Environnemental (MEB).

II.4.1.2. Observation au Microscopie électronique à balayage environnemental

Le MEB (Microscopie électronique à balayage environnemental) constitue pour les matériaux biologiques une avancée très importante puisqu'il résout les problèmes de préparation de l'échantillon. L'avantage principal d'un MEB par rapport à un autre microscope CSEM (Microscope Electronique à Balayage Conventionnel) réside dans le fait qu'il peut fonctionner avec des pressions pouvant aller jusqu'à 20 Torr (10^{-5} Torr pour un CSEM) et à des températures contrôlées par une platine à effet Peletier. Ce qui permet de contrôler l'équilibre hygroscopique de l'échantillon par le jeu des pressions et des températures dans la chambre d'observation. Le MEB est bien adapté pour les études sur le bois puisque ce dernier est un matériau hygroscopique par excellence. Ce dispositif offre des images d'échantillons directement sans aucun prétraitement des surfaces comme la métallisation par exemple.

Le MEB utilisé est un TM 3000 (figure II.15), il nous a permis de visualiser les différents tissus constitutifs du bois du Douglas dans les trois plans d'anisotropie à savoir : Le plan

radial- longitudinal, le plan transversal et le plan tangentiel – longitudinal. Les ponctuations aréolées aspirées et non aspirées ont été mises en évidence.

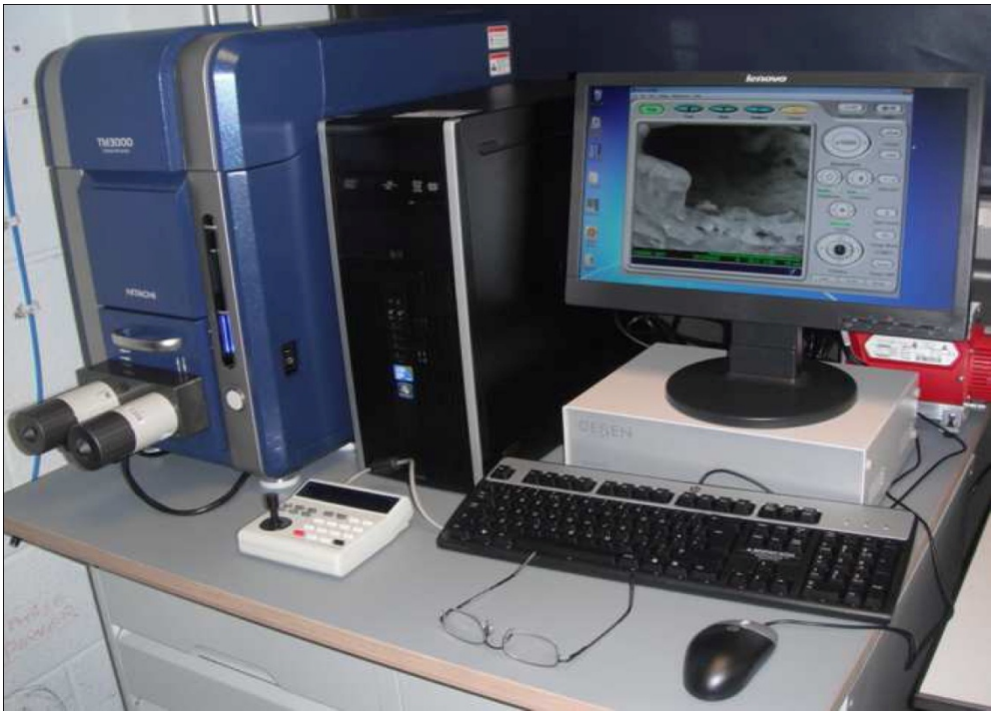


Figure II 15. *Microscope Electronique à Balayage environnemental TM 3000*

II.4.2. Résultats

En coupe transversale (figure II.16), notre bois est constitué essentiellement de trachéides. Chaque cerne représente une année de croissance suivie d'une période de repos végétatif. Le bois initial est composé des trachéides largement ouvertes par rapport aux trachéides du bois final qui sont de plus petite taille, quoi que de même diamètre tangentiel mais au lumen plus étroit. L'épaisseur de la paroi varie de 2 à 5 µm dans le bois intial et de 5 à 9 µm dans le bois final (figure II.17).

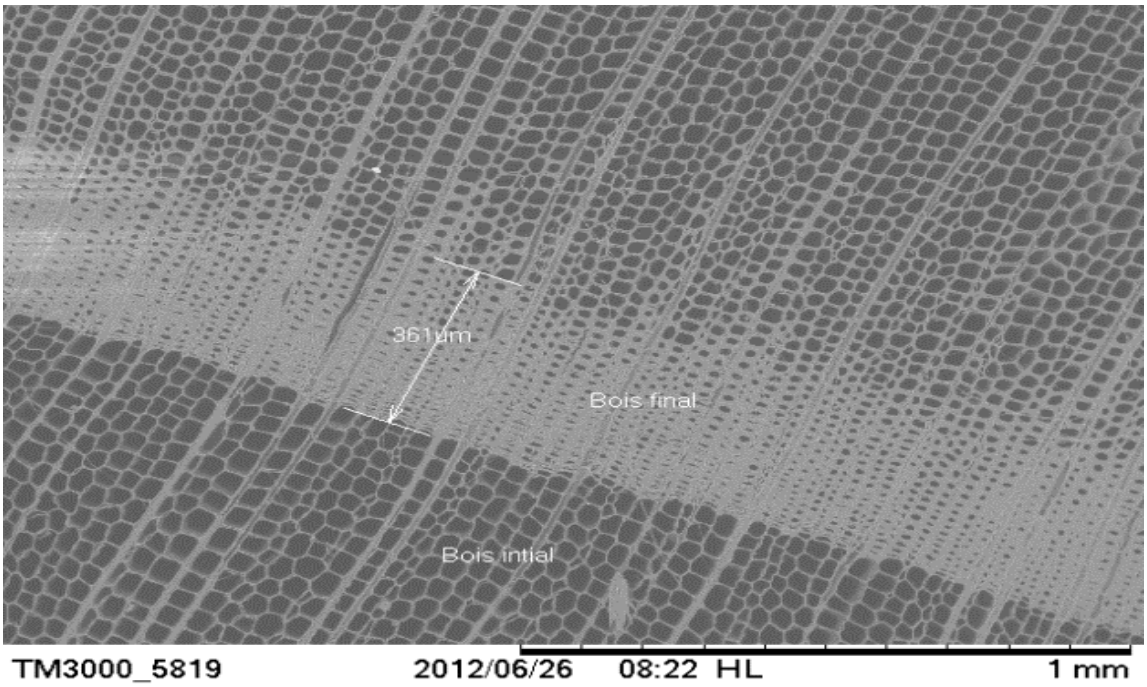


Figure II 16. *Coupe transversale d'un Douglas*

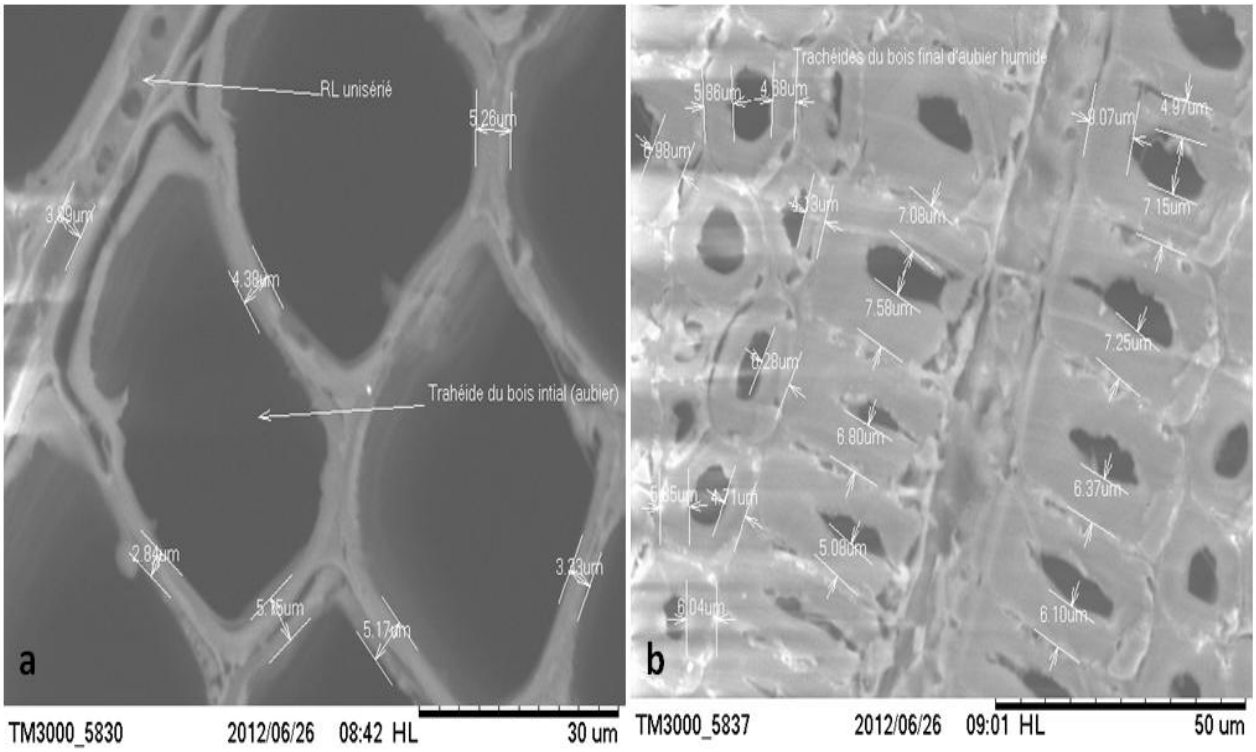


Figure II 17. *Coupes transversales : (a) Trachéides du bois initial, (b) trachéides du bois final*

L'organisation de l'anatomie du bois de conifère autorise généralement trois voies de circulations principales pour les liquides à l'intérieur du bois. Ces trois voies sont :

- La voie longitudinale utilisant les trachéides et leur système de communication que sont principalement les ponctuations.
- La voie radiale utilisant les rayons ligneux et leur système de communication.
- Les canaux résinifères.

Une autre voie peut être empruntée par l'eau dans certains cas, ce sont les microfissures décrites dans le chapitre I. Ceci ne peut être valable que dans le cas du bois juvénile et pour des arbres ayant souffert de la sécheresse (Polge, 1982) ou encore du bois séché.

Cependant seul le passage de l'eau par les trachéides (figure II. 18a) et leurs ponctuations (figure II. 18b) parait probable du fait en autre de leur nombre et de leur section de passage. D'autre part l'étude du paragraphe II.2.2.1 a bien mis en évidence la non influence de la longueur de l'échantillon étudié, pour une section transverse identique, prouvant ainsi que le plan transverse d'ouverture et d'affleurement des trachéides est le plan préférentiel d'entrée de l'eau.

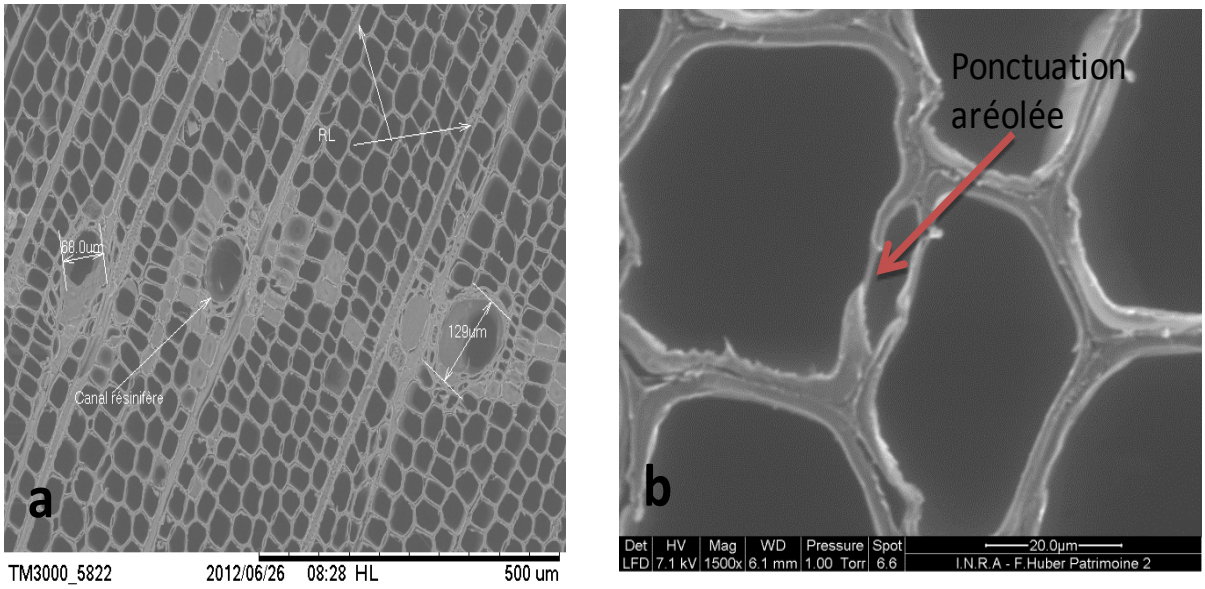


Figure II 18. *Coupes transversales : (a) disposition générale des trachéides, (b) visualisation d'une ponctuation aréolée en coupe transversale.*

Les rayons ligneux observés sont assez petits (100 à 550 µm), peu nombreux et ne possèdent qu'un nombre limité de ponctuations qui forment le champ de croisement en contact avec les trachéides. (Figure II.19 a et b). Les ponctuations du champ de croisement sont de petites ponctuations simples de type picéoide.

Selon (Wardrop et Davies, 1961 ; Coté 1963, Murmanis et Chudnoff, 1979), les rayons ligneux offrent un chemin réel pour l'écoulement latéral Chez les résineux, ils contribuent de manière importante au mouvement dans la direction radiale qui reste tout de même beaucoup plus faible que l'écoulement longitudinal.

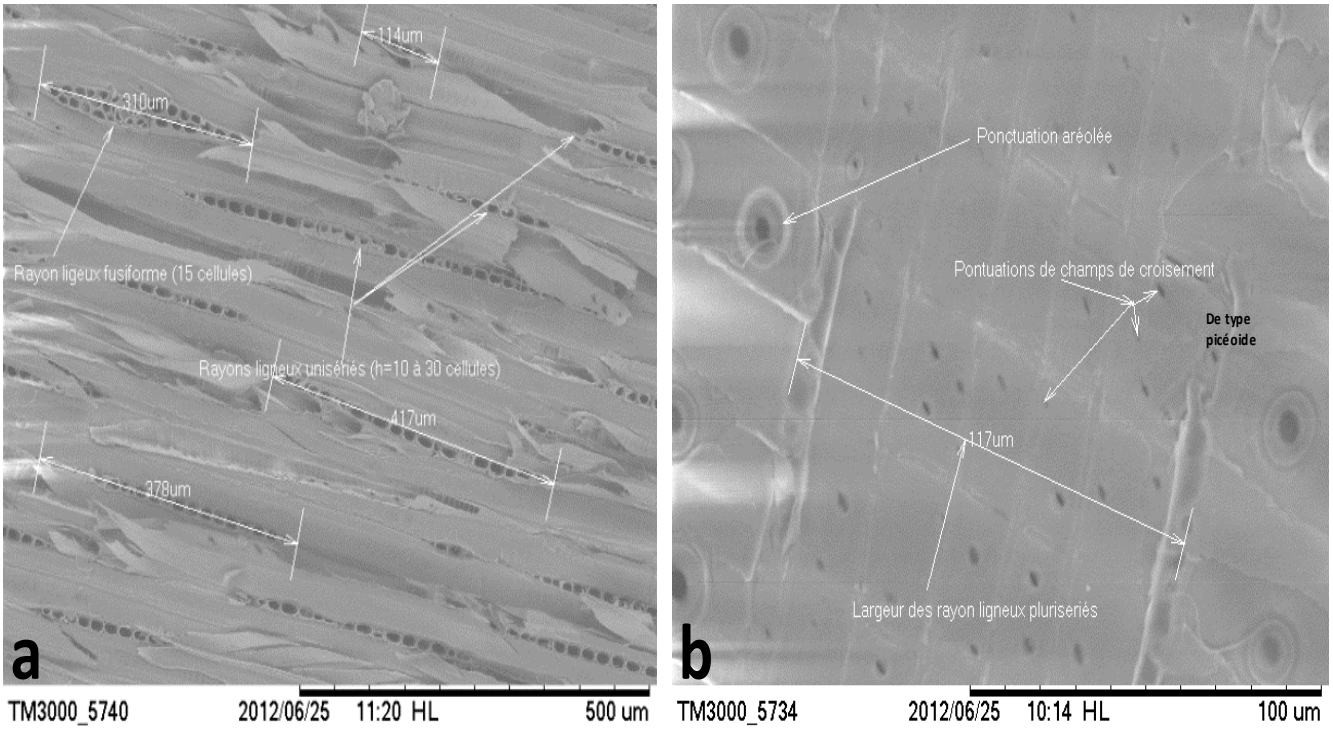


Figure II 19. (a) *Coupes tangentielle : Disposition générale des rayons ligneux, (b) Coupe radiale :Ponctuations du champ de croisement.*

Les canaux résinifères sont chez le Douglas le plus souvent bouchés par la résine et sont disposés le généralement sur un axe perpendiculaire aux rayons ligneux (figure II.20 a). Ils sont plus nombreux dans le bois initial que dans le bois final et leur diamètre vari de 45 à 150 µm (figure II.20 b et c). On peut observer aussi dans notre bois des canaux résinifères transversaux passant par le centre des rayons ligneux plurisériés (plusieurs couches de

cellules) (figure II.21). Les canaux résinifères radiaux ou longitudinaux conservent toujours leur rôle de sécrétion tant qu'ils sont dans la partie non duraminisé du bois et ils participent faiblement à l'écoulement dans les deux directions (longitudinale et radiale) qui est estimé de 1 % (Siau, 1984). Les microfissures sont accidentelles, donc non uniformément réparties et le plus souvent localisées dans des cernes de bois juvénile (Polges, 1984).

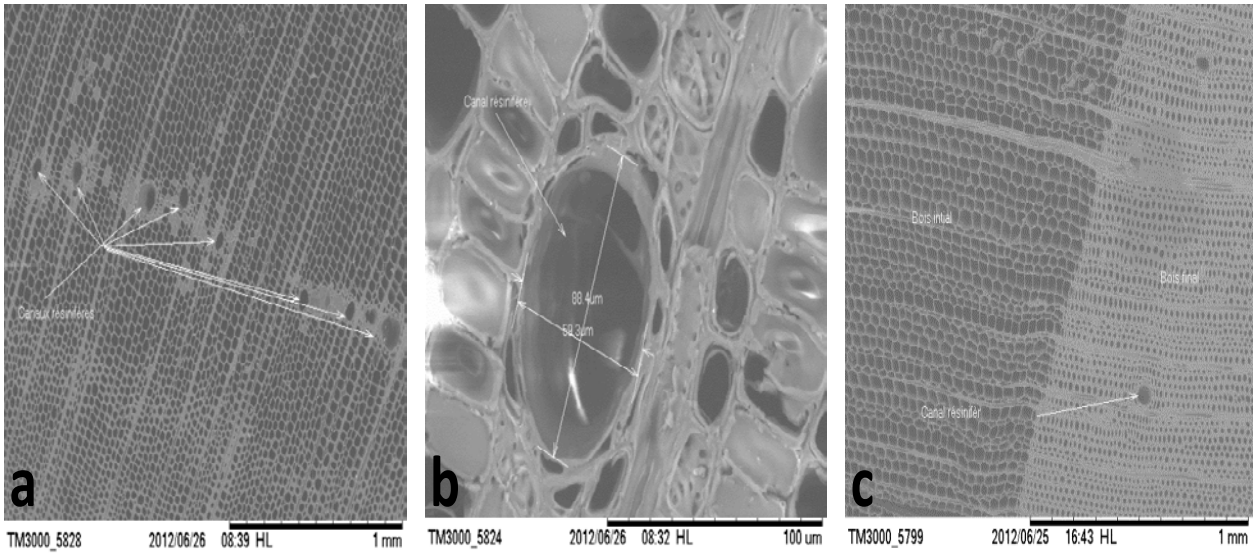


Figure II 20. *Coupes transversales :*
(a) Et (c) disposition générale des canaux résinifères, (b) canal résinifère du bois initial

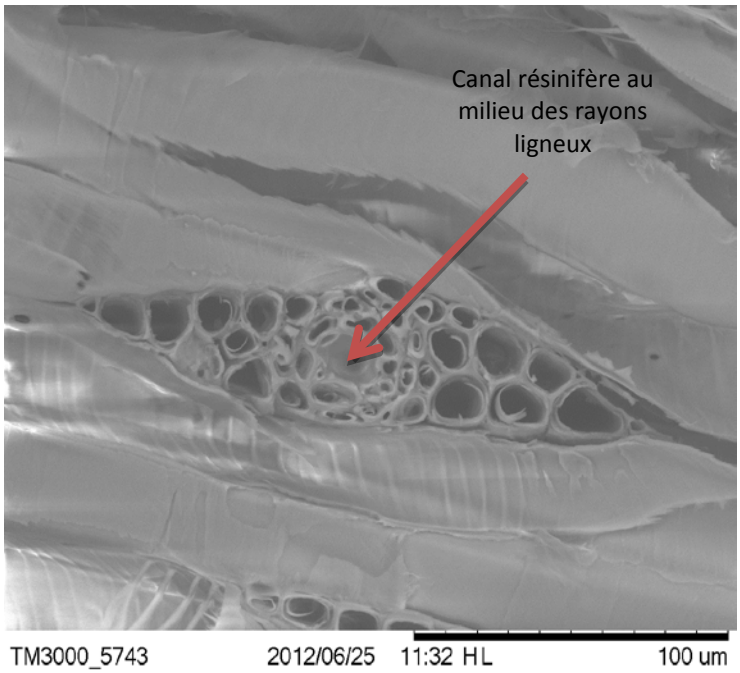


Figure II 21. *Coupes tangentielle longitudinale :*
Canal résinifère transversal au milieu d'un rayon ligneux pluriséries

II.4.2.1. Observation des ponctuations dans la zone d'aubier

Nous avons effectué un ensemble d'observations microscopiques sur le plan radial longitudinal. Les observations ont été effectuées sur des coupes issues de plusieurs échantillons d'aubier de Douglas prélevées à différents niveau à partir d'une baguette de bois d'aubier fraichement abattu.

Les ponctuations sont caractérisées par un décollement de la paroi secondaire par rapport à la paroi primaire ; il en résulte un bombement local de la paroi secondaire vers l'intérieur de la cellule. La perforation se situe au centre du bombement et n'affecte que la paroi primaire, le torus se trouve dans un espace, ou chambre de la ponctuation. La figure II.22 (a) montre la disposition générale des ponctuations aréolées qui semblent majoritairement ouvertes. La figure II.22 b montre une ponctuation aréolée ouverte, dont le torus et la membrane obturante sont enlevés et laisse visible la cavité de la ponctuation par la face interne.

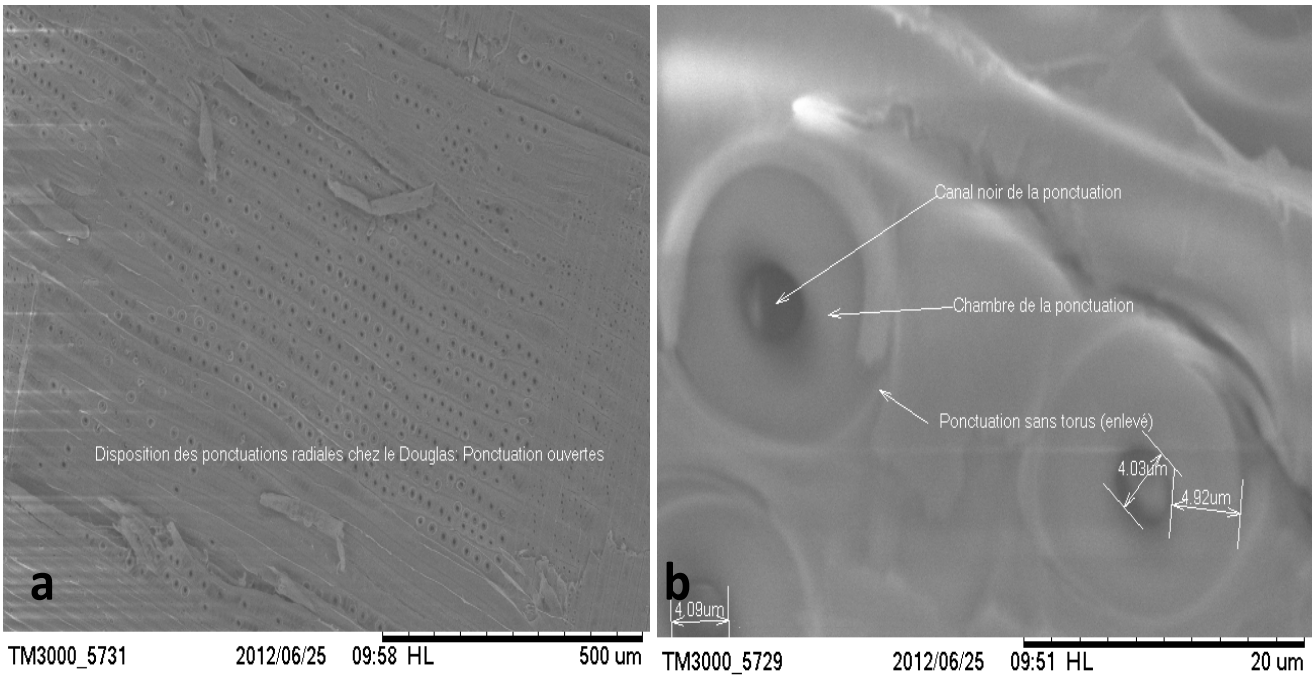


Figure II 22. *Coupes radiales d'un Douglas :*
(a) Disposition générale des ponctuations sur les trachéides (b) détails d'une ponctuation aréolée

La totalité des observations montrent des ponctuations aréolées plutôt ouvertes dans l'aubier par rapport à ceux fermées (Figure II.23). Ce point est capital car cette observation pourrait expliquer la différence d'imprégnabilité entre l'aubier et le duramen de Douglas. En effet le passage de l'eau d'une trachéide à l'autre ne peut se faire qu'au travers de ponctuations ouvertes. Or il semble que dans le cas de l'aubier ces ponctuations sont chez le douglas souvent ouverte. Il reste donc à observer l'état d'ouverture des ponctuations dans le duramen.

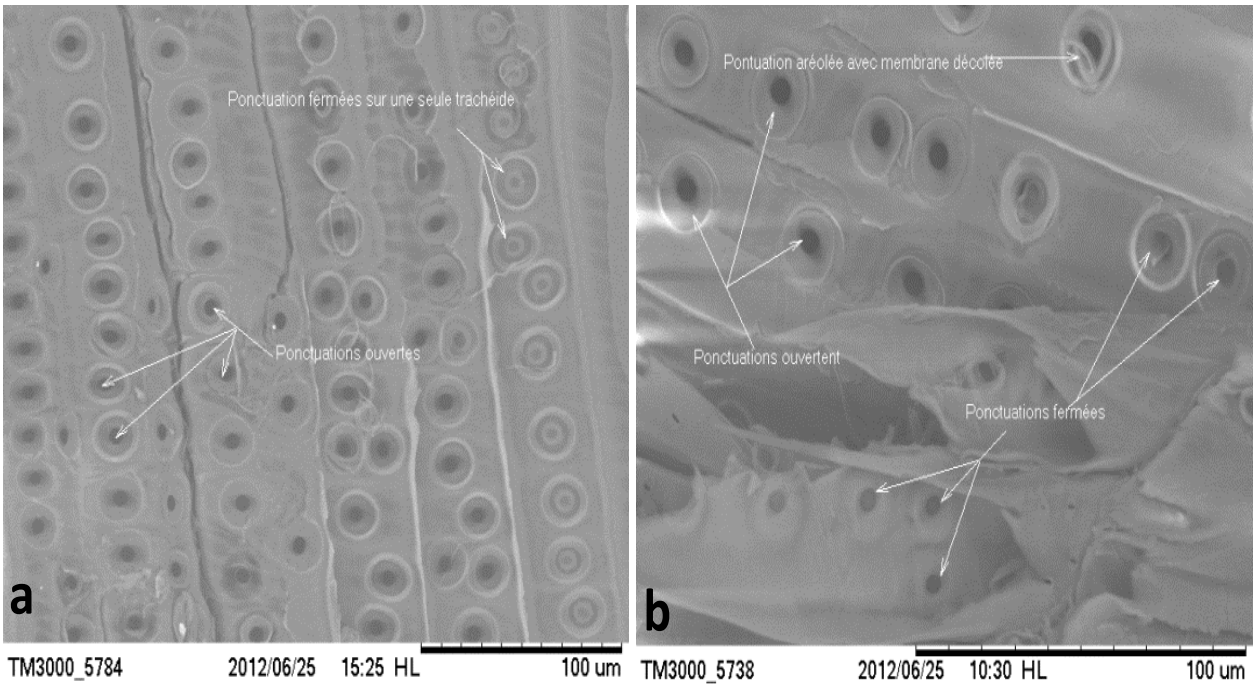


Figure II 23. (a) et (b) *Coupes radiales montrant des ponctuations aréolées majoritairement ouvertes*

Dans le bois final, les ponctuations aréolées sont beaucoup moins nombreuses que dans le bois initial et elles sont de taille inférieure (figure II.24). A partir des observations effectuées nous n'avons pas pu distinguer l'état des ponctuations aréolées dans le bois final (ouvertes ou fermées).

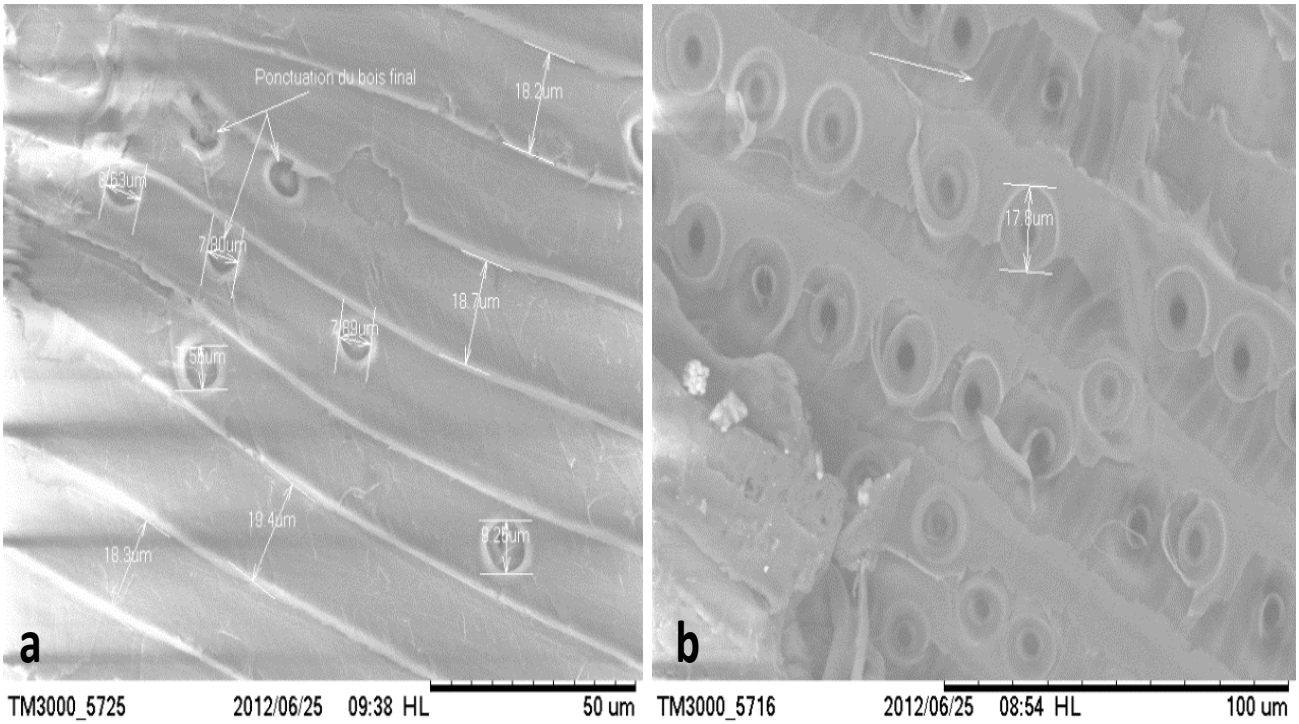


Figure II 24. *Coupes radiales : (a) Ponctuations aréolées dans le BF (b) Ponctuations aréolées dans le BI*

II.4.2.2. Observation des ponctuations dans le duramen

Des observations effectuées sur des coupes radiales à partir d'échantillons de duramen prélevées d'une baguette de bois issue du duramen d'un Douglas fraichement abattu ont montrés que contrairement à l'aubier, les ponctuations aréolées observées au niveau du duramen sont plutôt fermées. (figure II.25 a et b)

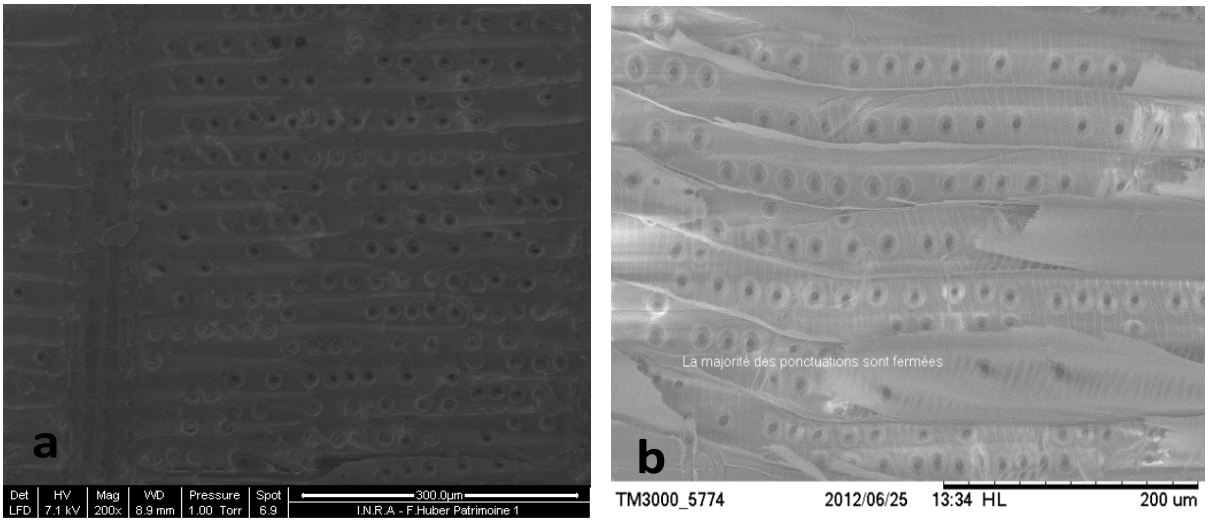


Figure II 25. *Coupes radiales : (a) et (b) Ponctuation aréolée dans le duramen du Douglas*

Nous avons effectués un peu plus de 100 observations de ponctuations au niveau du duramen et toutes nos observations montrent la même tendance que celle présentée dans la figure II.25, les ponctuations sont la plupart du temps fermées. Il semble donc évident que l'ouverture et la fermeture des ponctuations de l'aubier et du duramen de Douglas soit une des raisons les plus probante de la différence d'imprégnabilité. La circulation de l'eau dans les trachéides depuis le plan transverse (plan d'ouverture des fibres) est difficile dans le duramen en raison de l'obturation fréquente des ponctuations, qui sont le passage naturel d'une trachéide à l'autre, la longueur limité de la trachéide ne permet pas à l'eau de se déplacer sur une longueur importante. On comprend ainsi mieux les mesures du paragraphe II.2.2.1. L'aubier facilement impréganble atteint des niveaux d'humidité absolue importante après immersion, l'eau circulant depuis les ouvertures des trachéides sectionnées dans le plan transverse, puis continuant d'une trachéide à l'autre par les ponctuations en majorité ouvertes. Dans le cas du duramen, les taux d'humidité absolue sont également observés par pénétration de l'eau dans les trachéides ouvertes du plan transverse. Mais contrairement à l'aubier cette pénétration est limitée à la longueur d'une fibre (1 à 8 mm), l'eau ayant de grandes difficultés à poursuivre son chemin au travers des ponctuations en majorité fermées.

II.4.3. Conclusion

Nous n'avons observé aucune différence de point de vu anatomique entre duramen et aubier de notre bois. La seule différence identifiée est celle de l'état des ponctuations aréolées qui semblent plus ouvertes en pourcentage dans l'aubier que dans le duramen (tableau II.1) .

Tableau II.1 Pourcentage des ponctuations ouvertes et fermées dans l'aubier et le duramen de Douglas

	Aubier	**Duramen**
Ponctuations ouvertes en %	65	23
Ecartype	9	7.3
Ponctuations fermées en %	35	77
Ecartype	8,2	9,3

La piste d'ouverture des ponctuations des trachéides de duramen pourrait être une solution quant à l'amélioration de l'imprégnabilité du duramen. C'est ce que nous allons présenter dans le chapitre IV de ce mémoire de thèse.

II.5. Conclusion du chapitre II

Le problème de la mauvaise imprégnabilté à l'eau du duramen de Douglas lors de son étuvage n'est peut-être pas un problème de mouillage mais un problème de cinétique de pénétration de l'eau depuis la section transversale le long de la direction axiale : temps extrêmement long (centaine d'heures).

Nous allons travailler dans ce qui suit sur des procédés d'imprégnation – trempage faisant appel à l'écoulement liquide dans les ouvertures. Les pistes privilégiées seront celles du séchage, ultrason, bouillotage chaud pour augmenter le taux d'ouverture des ponctuations. Une seconde piste est l'abaissement de la tension superficielle du liquide qui par capillarité va mieux pénétrer le bois.

Chapitre III

Chapitre III: Essais de trempage –imprégnation

III.1. Introduction

Dans le chapitre précédent nous avons montré que le bois de duramen du Douglas est très difficilement imprégnable. L'eau n'arrive à pénétrer que d'une manière superficielle le duramen de douglas, se limitant à une entrée sans diffusion depuis les plans transverse. L'analyse chimique a montré une légère différence de composition entre aubier et duramen qui pourrait expliquer d'une manière partielle l'hydrophobicité du bois duramen. Les observations microscopiques ont confirmé la fermeture d'un bon pourcentage des ponctuations aréolées disposées sur le plan radial – longitudinal des trachéides du bois de duramen par rapport au bois d'aubier.

L'étape suivante de ce travail est d'étudier les possibilités d'améliorer l'imprégnabilité du duramen du Douglas par la mise en place ou l'amélioration de procédés facilement transposables à l'échelle industrielle. Dans un premier temps, nous nous sommes limités à deux techniques. La première technique est celle du bouillotage par immersion dans de l'eau simple ou additionnée de tensio-actifs, afin de diminuer la tension superficielle de l'eau pour en faciliter sa mouillabilité et son pompage capillaire, nous avons fait varier deux paramètres : la température et la durée d'immersion. La deuxième technique est celle des ultrasons en faisant varier seulement la température. Ces deux techniques ont été initiées par Gourvez, 2009 et nous avons élargi

Dans un second temps nous avons procédé à la technique du séchage (séchage thermique, séchage sous vide et séchage naturel) préalable à l'imprégnation et évaluer son influence sur le pouvoir du bois à être pénétrer par l'eau.

III.2. Echantillonnage et préparation des échantillons

III.2.1. Echantillonnage

Un arbre de Douglas âgé d'environ 40 ans, d'une hauteur de 16 m et de 47 cm de diamètre à 1,30m à partir de la base, a été prélevé en forêt de Montsauche les Settons à Morvan (71) au Nord-Est du massif central. Le choix de cet arbre est basé en premier lieu sur sa bonne

rectitude et en deuxième lieu sur sa représentation du reste du peuplement comme arbre possédant un diamètre moyen**.**

L'arbre a été écorcé puis débité à environ 15 m de sa base en billons de 50 cm (voir figures III.1 et III.2). Quatre rondelles de 2 cm d'épaisseur ont été également prélevées à différents niveaux (tous les 2 m à partir de la base de l'arbre) afin de suivre l'évolution de la répartition de l'humidité entre aubier et duramen de l'arbre à l'état vert. Ces opérations ont été effectuées à la scierie Brenot dans la région du Puley à 20 km au sud de Cluny.

Figure III 1 : *Prélèvement de l'arbre. Coupe de l'arbre en billons de 50 cm*

Figure III 2.: *(1) Ecorçage, (2) débitage et (3) marquage des billons*

La préparation des échantillons au laboratoire est schématisée sur la figure III.3 :

- 4 Rondelles de 2 cm d'épaisseur destinées au traçage d'une cartographie d'humidité dans le plan transverse.
- Deux billons sont réservés pour les essais de compréhension de l'amélioration de l'imprégnabilité par séchage (chapitre IV).

- 22 billons sont destinés aux suivis des cinétiques d'imprégnation par Rayons X sur des échantillons de taille industrielle (4 billons) et au déroulage semi – industriel (18 billons) (travail qui sera détaillé dans le chapitre V),
- Quatre billons sont destinés à l'étude de l'imprégnation par trempage présentée dans ce chapitre III.

-

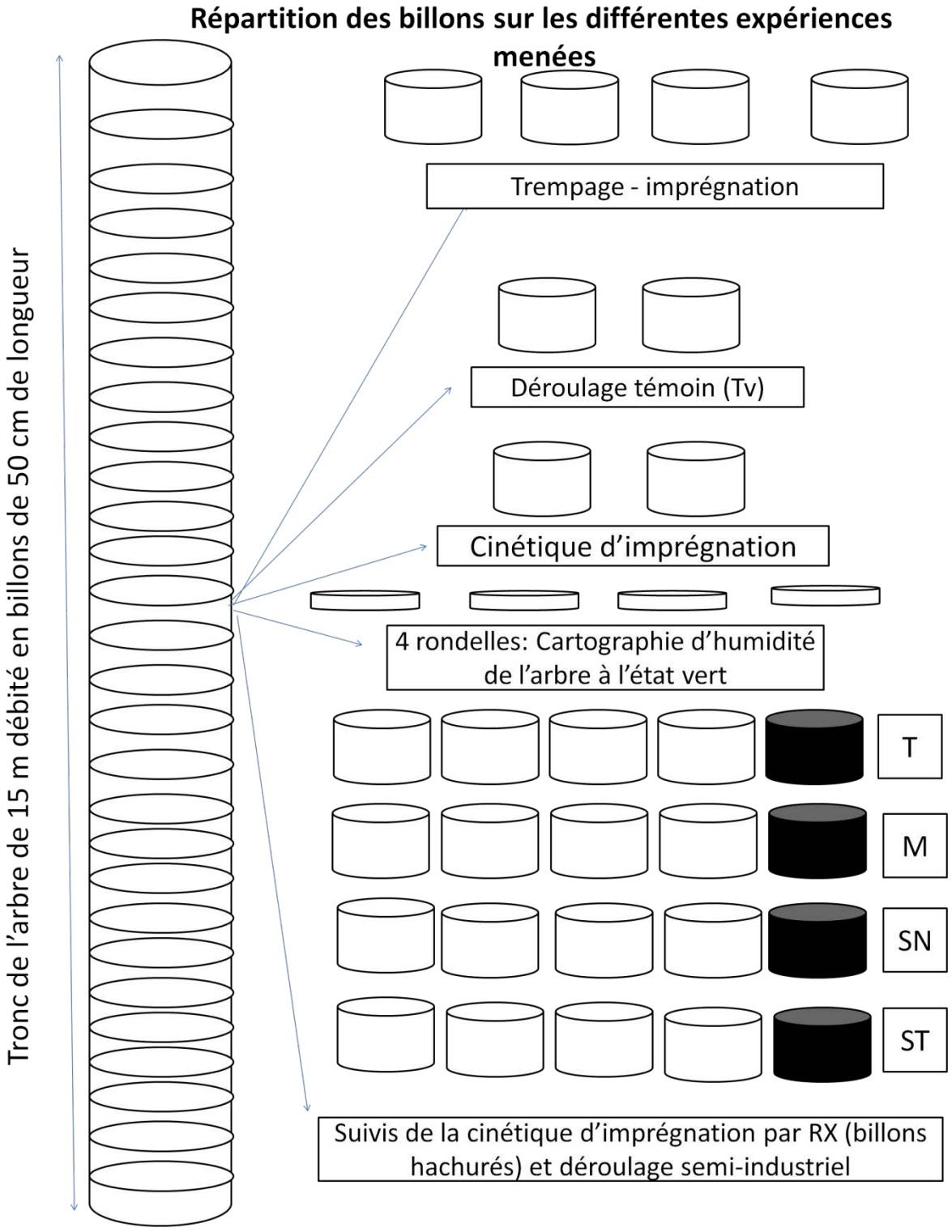


Figure III 3: *Schéma illustrant le débitage de l'arbre en billons de 50 cm et leur répartition sur les différentes techniques utilisées (Tv = témoin déroulage, T = témoin imprégnation, ST = séchage thermique, SN = séchage naturel, M = marinage de 4 mois)*

III.2.2. Caractérisation et préparation des échantillons

Dans des conditions de laboratoire, les quatre billons destinés à cette phase de travail ont été purgés de leur aubier par un déroulage partiel à l'état vert, seul le duramen est retenu pour l'étude.

Deux billons sont destinés à la mesure de la cinétique de prise d'eau à une échelle semi-industrielle. Les deux autres sont destinés au suivi de l'imrégnabilité à une échelle de paillasse par les techniques qui ont été choisies (trempage naturel, chaud-froid, eau modifiée, séchage-trempage).

A partir de ces derniers billons, nous avons prélevé des petites éprouvettes normalisées de 2 ×2 × 12 cm^3orientées respectivement en radial, tangentiel et longitudinal (R x T x L) (figure III.4).

Figure III 4 : *Eprouvette de 2 ×2 × 12 cm^3*

Les dimensions ont été choisies pour obtenir un rapport entre la longueur et la section comparable à ce que l'on peut trouver sur un billion prêt à être dérouler (facteur de forme similaire).

Pour constituer notre échantillonnage et comparer l'efficacité des différentes techniques d'étuvage, nous avons été amenés à établir des profils d'humidité sur nos éprouvettes après chaque traitement.

Le pourcentage de l'humidité le long de chaque éprouvette a été calculé sur des découpes d'environ 4 –5 mm d'épaisseur obtenues à l'aide d'une scie à ruban comme dans le cas du paragraphe II.2.1.1.

Les graphiques de répartitions de l'humidité le long des éprouvettes ont permis l'analyse des différents procédés de traitement. Pour comparer les différents résultats obtenus, le même protocole a été utilisé pour chacune des expériences.

III.2.3. Profils d'humidité de l'arbre échantillonné

La teneur en eau est définie comme la proportion en masse d'eau (libre et liée) par rapport à la masse anhydre de l'échantillon (NF B 51-004). Différentes méthodes existent pour mesurer cette grandeur, les plus utilisées sont les méthodes électriques (mesures de résistivité, mesures de la constante diélectrique) ainsi que par spectrométrie infrarouge. Bien que ces méthodes soient non destructives, elles sont moins précises et généralement utilisées pour une plage de mesure limitée, souvent comprise entre 0% et 30% d'humidité. La simple méthode par double pesée offre l'avantage de couvrir toute la plage d'humidité du bois (figure III.5).

Figure III 5 : *Illustration des étapes expérimentales*

a) Rondelle coupée en cubes ; b) pesage des cubes ; c) séchage des cubes

Une cartographie de l'humidité de l'arbre vert, dédié à l'étude, a été effectuée sur 4 rondelles de 2 cm d'épaisseur prélevées à différentes hauteurs de l'arbre (2m, 4m, 8 m et 12m). La cartographie a pour objectif principal l'étude de la répartition de l'humidité dans l'aubier et le duramen du Douglas. Les résultats seront observés de la base à 12 m de la hauteur du tronc.

Chaque rondelle est débitée immédiatement après son prélèvement en petits cubes de 4 cm de côté, numérotés suivant leurs positions dans la rondelle. L'humidité est calculée sur chaque cube.

La connaissance de la position de chaque cube dans la rondelle a permis d'établir une cartographie de l'humidité grâce à un programme sous Visual Basic (El Haouzali, 2006).

A partir de 2 diamètres de la rondelle, de la cote des cubes et de leur taux d'humidité, ce programme reconstitue la rondelle et affecte un taux d'humidité à chaque cube (figure III.6), puis estime le taux d'humidité correspondant à chaque point dans la rondelle via l'utilisation de fonction de forme. Ainsi, il a été aisé d'établir une cartographie d'humidité pour chaque rondelle avec une échelle montrant le taux d'humidité dans chaque zone (figure III.7).

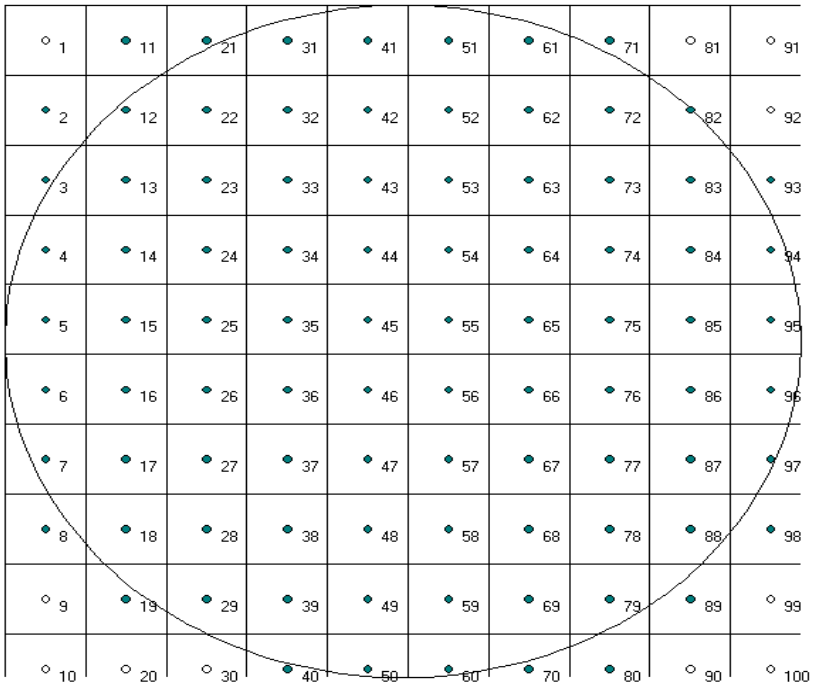


Figure III 6 : *Cartographie d'humidité à une hauteur moyenne dans l'arbre*

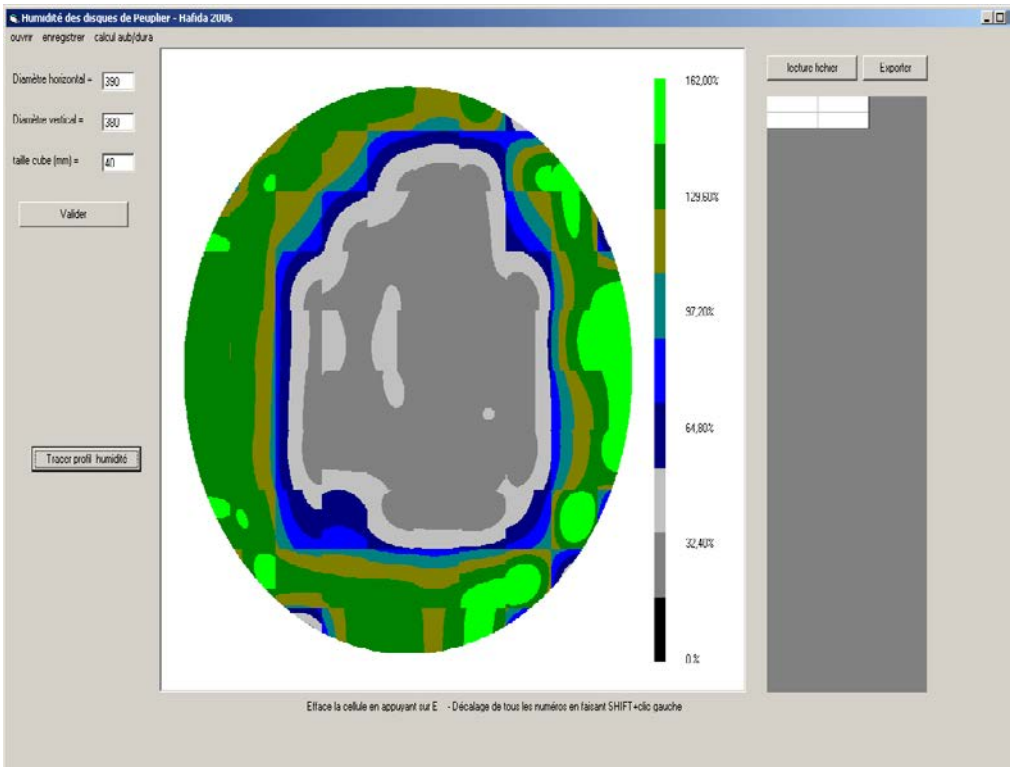


Figure III 7 : *Exemple de cartographie d'humidité établie sur une rondelle*

III.3. Cinétique de prise d'eau à l'échelle d'un billon de duramen

L'objectif de cette partie de l'étude est de vérifier la cinétique de reprise en eau du duramen de l'arbre échantillonné à une échelle semi industrielle (billon de 50 cm de longueur et 20 cm de diamètre) afin d'apprécier d'une manière globale la quantité d'eau imprégnée. Une attention particulière sera portée à l'effet de la température de l'eau d'immersion. Nous avons procédé de la manière suivante :

- Préparation de deux billons (figure III.8a). L'aubier est retiré par déroulage (figure III.8b),
- Préparation d'une étuve remplie d'eau à une température régulée (50 à 70°C (figure III.8c),
- Préparation d'une deuxième étuve remplie d'eau à température ambiante
- Pesée de chacun des deux billons,

- Immersion de l'un des billons à l'aide d'une barre métallique dans l'eau froide et l'autre dans l'eau chaude (figure III.9),
- Retrait des billons à intervalles de temps régulier, pour mesure de la reprise d'eau à l'aide d'une balance.

Figure III 8: *(a) Billon (b) dérouleuse (c) Etuve d'eau à température régulée*

Figure III 9: *Billon immergé à 50°C maintenu sous l'eau à l'aide d'une barre métallique*

III.4. Trempage dans l'eau simple des échantillons de duramen de petite taille

Afin de pouvoir suivre la répartition de l'humidité le long des échantillons de bois de duramen, d'une manière plus précise et à plusieurs reprises (reproductibilité), nous avons opté pour les expériences qui vont suivre un nouveau échantillonnage à une échelle de paillasse basé sur des petites éprouvettes de 2 x 2 x 12 cm^3 d'orientation RTL.

La technique consiste simplement à tremper les éprouvettes dans de l'eau à températures contrôlées pour différents temps de trempage. Dans notre cas, nous avons étudié cinq températures : 50, 60, 70, 80 et 90°C, pour deux durées de trempage de 5 et 22 h. Le temps de 22 h a été choisi sur la base de l'étuvage effectué sur des billons industriels qui, selon les espèces, varie entre 12 et 24 h en général. Nous avons considéré 5h comme le temps minimal nécessaire pour une imprégnation sur des petites éprouvettes.

L'opération consiste à régler l'étuve de trempage à la température voulue, puis on procède à l'immersion de deux éprouvettes, une pour un traitement de 5h et une pour un traitement de 22h. A la fin du traitement, chaque éprouvette a subi une découpe transversale tous les 4-5mm environ.

III.5. Trempage dans l'eau simple des échantillons de duramen de petite taille par cycle chaud-froid

Derrière ce nom « chaud/froid » se cache en fait un traitement par étuvage avec refroidissement lent. Le principe de base est de soumettre l'éprouvette à un cycle chaud/froid.

A la différence de la technique précédemment décrite, cette procédure consiste en une immersion des éprouvettes (2 x 2 x 120 mm^3 en RTL) dans l'eau à cinq températures différentes : 50, 60, 70, 80 et 90°C suivie par un arrêt du chauffage et un refroidissement lent jusqu'à température ambiante. Ce traitement se base ainsi sur les variations du volume d'air contenu dans le bois (par dilatation) en fonction de la température et s'apparentant à un traitement vide/pression.

La procédure, comme précisée ci-dessous est la suivante :

- prélèvement des échantillons de duramen,
- réglage de l'étuve à la température voulue,
- immersion d'une éprouvette dans l'eau à la température contrôlée et arrêt du chauffe de l'eau,
- une fois que l'eau est à température ambiante, on prélève l'éprouvette, on la découpe en plaquettes de 4–5 mm (pour le suivi de la pénétration d'eau) et on pèse la masse de chaque plaquette,
- séchage des plaquettes à 103°C jusqu'à obtention de la masse anhydre,
  calcul de la progression de l'humidité le long de l'éprouvette.

III.6. Trempage dans l'eau modifiée par addition de tensio-actifs d'échantillons de duramen de petite taille

Le bois est généralement considéré comme hydrophile, Il a donc généralement une forte affinité avec l'eau. Néanmoins certains bois très denses contenant des gommes peuvent présenter un caractère hydrophobe, il en est de même pour des surface de bois qui avec le temps voient leur caractère hydrophobe devenir progressivement (quelques semaines) hydrophobe. Ramené à notre sujet d'étude il est pour nous important de comparer la mouillabilité (annexe 1) de l'aubier et du duramen de Douglas. Il pourrait s'avéré que le duramen soit hydrophobe, ce qui pourrait expliquer la sécheresse à cœur du Douglas. Si tel était le cas nous pourrions envisager de modifier la tension superficielle de l'eau qui est une des composantes de la mouillabilité d'équilibre. L'ajout de tensioactif pourrait ainsi contribuer, par abaissement de la tension superficielle de l'eau, à améliorer la mouillabilité du duramen.

III.6.1. Mesure de mouillabilité sur le bois

Nous avons retenu pour notre étude la Méthode de Wilhelmy. Cette technique a été validée sur le bois et elle peut fournir les angles dynamiques à l'avancée et au recul quel que soient le liquide et l'essence de bois. Elle est basée sur la mesure de la masse d'une plaquette de bois successivement plongée et ressortie du liquide mouillant (figure III.10). Il est possible, par ces

cycles de trempage, de déterminer à la fois l'angle de contact dynamique à l'avancée et au recul. Une étude menée en deux partie par Walinder et Johasson (2001) puis par Walinder et Ström (2001) montre que cette méthode est réalisable sur du bois. Cette technique, peu complexe, nécessite l'utilisation d'une balance de Wilhelmy (tensiomètre).

III.6.2. Matériels et méthodes

III.6.2.1. Mesure de la mouillabilité

Les échantillons de bois dont on a mesuré avec précision la longueur, la largeur et l'épaisseur, sont suspendus à la balance de précision. Le liquide test dont on a déterminé sa tension superficielle, contenu dans un bécher, est déplacé verticalement vers la plaquette à une vitesse programmée. Au contact de l'échantillon avec le liquide test, un cycle d'immersion entièrement contrôlé informatiquement commence. Ce cycle est constitué d'une avancée, du liquide test, sur une longueur de 5 mm à une vitesse constante de 12 $mm.mn^{-1}$. Cette vitesse est suffisamment faible pour s'affranchir de la dépendance des angles de contact vis à vis de la vitesse de déplacement du liquide (nombre capillaire $Ca=\mu.v/\gamma$, inférieur à 10^{-5}). Après l'avancée, le recul s'effectue directement à la même vitesse, *v* et sur la même distance.

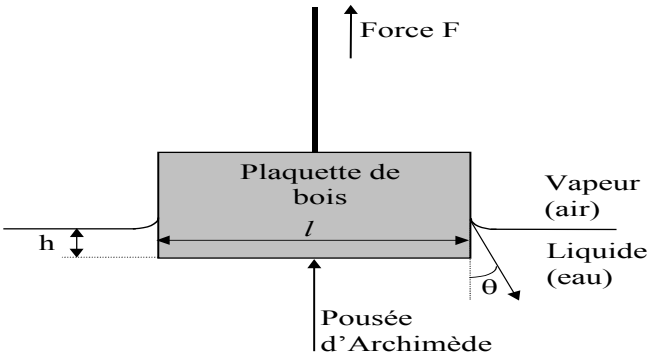


Figure III 10: *Plaquette de bois, méthode de Wilhelmy*

Durant ces cycles, la force résultante (F) qui s'applique sur la plaque et sa profondeur d'immersion (h) est enregistrée (figure III.10). Cette force (F) est la résultante de l'action de la poussée d'Archimède (F_a) et de la force de mouillage (F_w). La force de mouillage F_w, qui s'exerce sur le périmètre mouillé (P), est constante durant l'immersion (avancée, F_w^a) et le

retrait (recul, F_w^r) de la plaquette de bois. Elle peut être calculée à l'aide de la relation suivante :

$$F_w = \cos\theta \ \gamma \ P \qquad \textbf{(9)}$$

Où γ est la tension superficielle du liquide. La poussée d'Archimède, notée F_a, s'appliquant sur le volume d'échantillon immergé, est une relation linéaire qui dépend de la profondeur d'immersion (h) :

$$F_a = \rho \ g \ l \ w \ h \qquad \textbf{(10)}$$

Avec :ρ, la masse volumique du liquide, $kg.m^{-3}$; g, l'accélération de la pesanteur, $m.s^{-2}$; l, la longueur de l'échantillon, m et w, son épaisseur, m.

En général, nous obtenons durant nos cycles de mouillage deux courbes distinctes [courbe à l'avancée F_a= fn (h) et courbe au recul F_r = fn (h)], puisque les angles à l'avancée et au recul sont différents (figure III.11). Pour chacune de ces deux courbes, il est possible de calculer les angles de contact à l'avancée et au recul, à partir de la valeur de F enregistrée et du bilan des forces ($F = F_w - F_a$), d'après la relation suivante :

$$\cos\theta = \frac{\left(F + F_a\right)}{\gamma \ P} \qquad \textbf{(11)}$$

Lorsque la profondeur d'immersion est nulle (h= 0), on peut considérer que la contribution de la poussée d'Archimède est également nulle. Par projection des parties linéaires des deux courbes, on peut ainsi obtenir les valeurs de la force résultante pour h=0 à l'avancée ($F^a_{h=0}$) et au recul ($F^r_{h=0}$) et calculer ainsi θ_a et θ_r par les relations suivantes :

$$\cos\theta_a = \frac{\left(F^a_{h=0}\right)}{\gamma \ P} \text{ et } \cos\theta_r = \frac{\left(F^r_{h=0}\right)}{\gamma \ P} \qquad \textbf{(12)}$$

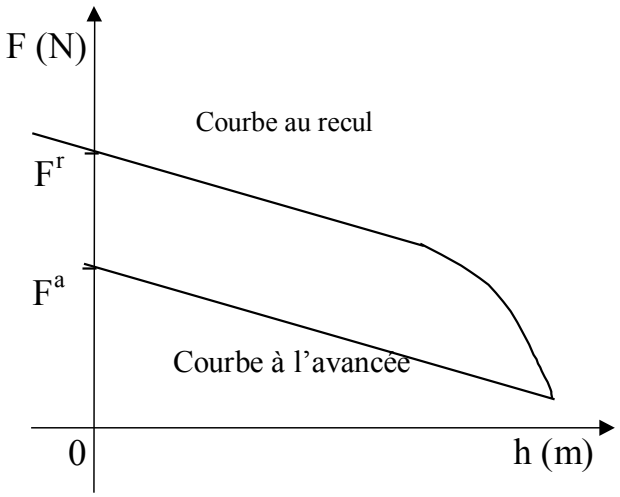


Figure III 11: *Evolution de la force résultante en fonction de la profondeur d'immersion*.

L'exploitation des cycles est entièrement automatique. L'opérateur influe donc très peu sur la mesure, à la différence de la technique goniométrique. Il est cependant important de toujours vérifier visuellement l'état de mouillage (mouillage ou non de la plaquette) pour éliminer les erreurs de mesures.

L'unité de mesure est constituée d'un tensiomètre K12, Krüss, Hambourg, Allemagne, qui enregistre l'évolution de la masse de l'échantillon immergé dans le liquide, ainsi que la profondeur d'immersion. Cette unité permet également de contrôler la vitesse d'immersion ici programmée à 12mm.mn^{-1}. Les cycles de mouillage sont uniques et réalisés sans interruption entre l'avancée et le recul. L'ensemble du système de mesure est thermostaté à 20°C et protégé des poussières par une enveloppe transparente.

III.6.2.2. Echantillonnage

Le bois à mesurer est sous forme de petit bloc. Il est scié en plaquettes. L'orientation de l'échantillon est la suivante : Une longueur de 20mm, dans la direction tangentielle de l'arbre, une épaisseur de 1mm dans la direction longitudinale et une hauteur de 10mm dans la direction radiale. Les dimensions de la plaquette sont mesurées au pied à coulisse à affichage digital.

Le liquide test utilisé est de l'eau osmosée, sa tension superficielle est très proche de celle de l'eau pure : 72,8 dyn.cm^{-1} à 20°C.

III.6.3. Tension superficielle et tensio-actifs

La tension superficielle est un élément important de la mouillabilité. Les mesures sont effectuées sur le même appareil que pour les mesures d'angles de contact. La différence vient du fait que ce n'est plus un échantillon de bois que nous avons plongé dans le liquide mais une plaquette de platine très fine.

L'ajout de tensio-actif dans l'eau permet d'abaisser la tension superficielle de l'eau et donc de faciliter le mouillage. L'ajout de tensio actif peut faire baisser linéairement la tension jusqu'à un certain point critique au-delà duquel plus rien ne se passe. Ce point est appelé : Concentration Micellaire Critique (CMC) (figure III.12). Il est donc important pour notre étude d'en déterminer la valeur pour éviter toute surconsommation de tensio-actif à l'échelle industrielle.

Deux tensio-actifs ont été utilisés dans le cadre de notre étude : Le BRIJ 30 de chez Sigma-Aldrich et le TRITON SP de chez Aldrich. Ce sont des tensio-actifs communs de l'industrie (annexes 3 et 4).

Le principe de détermination du point CMC est relativement simple. Il s'agit de réaliser des dilutions progressives de tensio-actif suivi à chaque fois d'une mesure de la tension superficielle du mélange jusqu'à obtention d'une courbe à l'allure suivante :

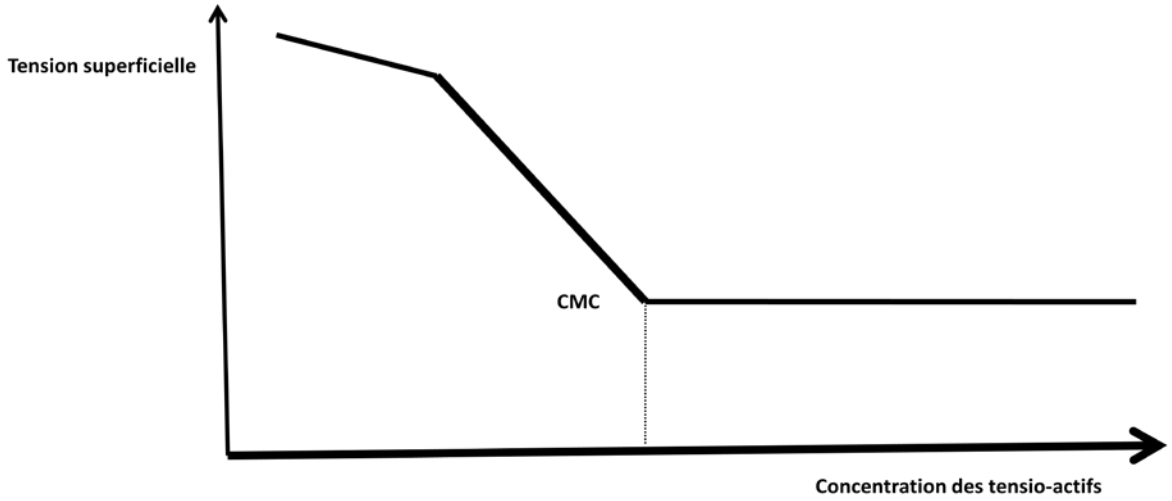


Figure III 12: *Obtention de la Concentration Micellaire Critique*

Après détermination de la CMC de chaque tensioactif, des tests de mouillabilité ont été menés sur une vingtaine d'échantillons prélevés à partir de l'aubier (10 échantillons) et du duramen (10 échantillons) sans ajout de tensio-actifs. Après ajout de tensio-actifs et abaissement de la tension superficielle de l'eau, nous avons testé la mouillabilité d'une dizaine d'échantillons de duramen.

III.6.4. Procédure de trempage dans le l'eau modifiée par ajout de tensio-actifs

Les essais d'imprégnation réalisés sont identiques aux tests de trempage en eau simple réalisé précédemment. La seule différence est qu'à la place de l'eau, nous avons utilisé le mélange d'eau et des tensio-actifs. Trois températures ont été retenues pour cette procédure (température ambiante, 50 °C et 80°C) pour deux durées (5 h et 22 h).

La procédure est la suivante :

- prélèvement des échantillons dans le duramen,
- réglage de l'étuve à la température voulue,
- plongée de deux éprouvettes dans le mélange eau/tensioactifs à bonne température,
- prélèvement, découpe et pesée de la première éprouvette après 5 h de traitement,
- prélèvement, découpe et pesée de la deuxième éprouvette après 22h de traitement,
- mise à l'étuve des découpes (plaquettes) à 103°C pendant 24h,

- pesée de la masse anhydre,
- calcul de la progression de l'humidité le long de l'éprouvette.

III.7. Trempage dans de l'eau simple des échantillons de duramen de petite taille, utilisation des ultrasons

L'objectif de cet essai est de tenter de détruire les torus qui s'opposent au passage de l'eau dans les trachéides par cavitation d'eau. Cette technique se base sur la formation de petites bulles de vapeur d'eau qui explosent, provoquant ainsi la rupture des torus.

Plusieurs études (Mason, 1996 ; Soloff, 1964 ; Burdell *et al*., 1969 ; Marčok *et al*,1987 ; Chen *et al.*,1992 ; Tanaka *et al*, 2010), préconisent l'utilisation des ultrasons pour détruire les ponctuations aspirées. L'utilisation des ultrasons serait basée sur le phénomène de cavitation. Les vagues d'ultrasons entraineraient la formation de petites bulles (cavitation) qui en explosant provoqueraient la rupture des torus.

Cependant les différentes études ne concernent pas forcément le Douglas et ne sont pas vraiment précises sur les paramètres d'essais.

Pour cette étape d'expérience, nous avons retenu seulement trois températures (30, 50 et 80°C) pour une durée fixe de 22h pour chaque température étudiée. Nos éprouvettes de duramen (2 x 2 x 12 cm^3 en RTL) ont été immergées dans de l'eau régulée et bombardées de vague d'ultrasons (figure III.13). La sonde à ultrasons était placée au droit d'une des extrémités de l'éprouvette qui était placée horizontalement dans l'eau. L'émetteur d'ultrasons avait une fréquence de 20 kHz et une puissance de 400 W.

Figure III 13: *(a) Générateur et sonde à ultrasons, (b) Dispositif d'immersion et d'exposition aux ultrasons*

A la fin de chaque test, chaque éprouvette à été découpée en petites plaquettes de 4-5 mm d'épaisseur. L'humidité le long de l'éprouvette à été calculée sur chaque plaquette.

A fin d'étudier l'effet de l'orientation des éprouvettes par rapport à la sonde à Ultrasons sur l'imprégnation, d'autres essais sur des éprouvettes placées verticalement dans l'étuve ont été également effectuée.

III.8. Trempage dans de l'eau simple des échantillons de duramen de petite taille préalablement séchés

Cette partie du travail a été mise en place après des observations au laboratoire effectuées sur des échantillons de duramen de Douglas séchés naturellement. Ces premières observations ont montrées que les échantillons secs de duramen s'imprégnaient à l'eau. Dans cette partie nous avons souhaité étudier l'effet d'un séchage préalable sur l'efficacité de l'imprégnabilité. Le séchage sera appliqué sous trois formes : séchage thermique à 103°C, séchage sous vide et séchage naturel.

III.8.1. Matériels et méthodes

Pour cette partie de l'expérience, nous avons prélevé des éprouvettes jumelles à partir d'un billon frais (vert). Trois longueurs (L) différentes ont été retenues: 2 cm, 4 cm et 6 cm pour une section constante de 20 x 20 mm^2 en R x T. Ce choix de longueurs différentes est une forme de validation de l'expérience du paragraphe II.2. Le nombre d'éprouvettes était de 10 éprouvettes pour chaque longueur et pour chaque filière d'essais. Les méthodes présentées sont celles de procédés d'optimisation de l'imprégnabilité, répartis dans 3 types d'expériences et 1 témoin:

- « Témoin » :

Des échantillons frais sont immergés dans l'eau à température ambiante et à pression atmosphérique. Ces échantillons n'ont subi aucun prétraitement.

- « Séchage sous vide préalable » :

Des échantillons frais ont subi un séchage sous vide de 2-3mb pendant 30 mn puis immergés dans l'eau à température ambiante sous pression atmosphérique.

- « Séchage thermique préalable » :

Des échantillons frais sont préalablement traités dans un séchoir ventilé à 103°C pendant 36 heures, puis immergés dans l'eau à température ambiante.

- « Séchage naturel préalable » :

Des échantillons secs naturellement ont été immergés dans l'eau à température ambiante. Les échantillons proviennent d'une planche coupée en quartier à partir d'un Douglas abattu en 2006 et stockée dans un grand atelier bien aéré.

La totalité des échantillons ont été maintenus environ 120 h en immersion sous l'eau. Des prises de masse pour chaque échantillon ont été effectuées en fonction du temps.

Le suivi de l'évolution de l'humidité est basé sur des pesées successives de la masse des éprouvettes en fonction du temps. A la fin de l'expérience, toutes les éprouvettes sont placées dans une étuve ventilée pendant 72 h pour obtenir la masse anhydre. Ainsi l'humidité de chaque éprouvette est calculée selon l'équation (1).

III.8.2. Calcul de la vitesse d'imprégnation

La complexité de l'écoulement dans le bois a été présentée dans le chapitre I (paragraphe I.5). Dans cette partie du travail, nous n'avons pas pour ambition de décrire précisément les phénomènes qui se produisent lors de l'imprégnation du bois de Douglas. Nous allons définir d'abord les grandeurs suivantes :

- Débit volumique ($m^3.s^{-1}$) = volume de fluide écoulé (m^3)/temps d'écoulement (s)
- Vitesse moyenne d'imprégnation ($m.s^{-1}$) = Débit volumique ($m^3.s^{-1}$)/ section (m^2)

Sur nos éprouvettes de 4 cm^2de section, nous avons calculé le débit à partir du volume d'eau absorbée en fonction du temps écoulé. Ce débit est calculé sur la section transversale (radiale-tangentielle) et non sur la section réelle de passage (somme des sections des trachéides) qui est extrêmement difficile à déterminer.

III.9. Résultats et discussions

III.9.1. Profil d'humidité de l'arbre coupé, analyse des cartographies

Les cartographies obtenues sur les quatre rondelles étudiées (Annexe 5) sont très semblables (figure III.14). Elles font apparaître une chute brutale d'humidité entre l'aubier et le duramen. Cette transition s'accompagne d'une dispersion des valeurs très atténuée dans le duramen. Les valeurs y sont majoritairement comprises entre 28 et 40 %.

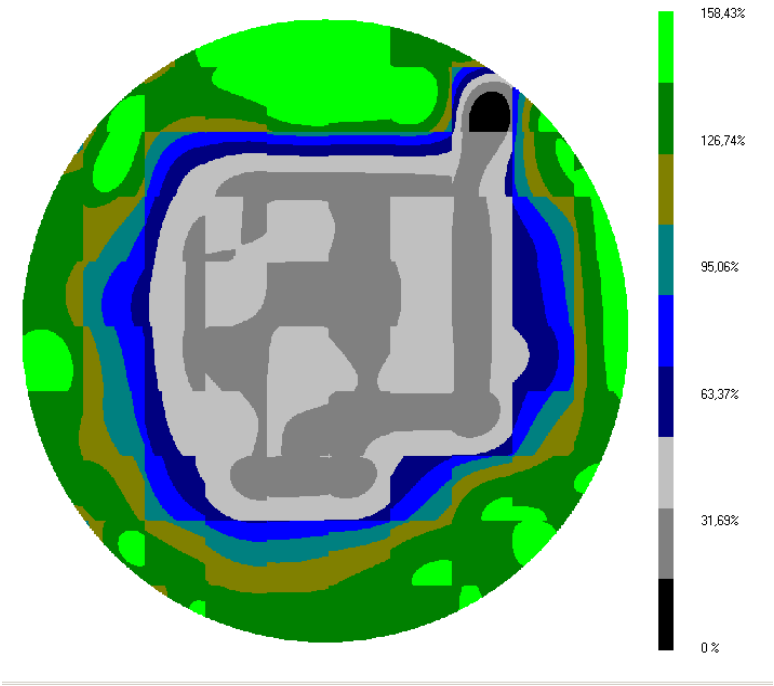


Figure III 14: *Cartographie d'humidité d'une rondelle de Douglas prélevée à 2 m du sol*

Les résultats obtenus indiquent un taux d'humidité moyen de 120 % au niveau de l'aubier (partie externe) et de 32 % au niveau du duramen (cœur), conforme aux taux d'humidité constatés généralement chez le Douglas. Ces valeurs sont à peu près constante et ce indépendamment de la hauteur dans l'arbre ou de la position dans l'aubier ou le duramen.

On observe ensuite une forte remontée du pourcentage d'humidité dans la zone correspondant à la transition aubier/duramen puis dans l'aubier.

Enfin, on remarque que les valeurs d'humidité dans la zone correspondant à l'aubier ne sont pas toujours supérieures à 100 %. En effet, on trouve même des zones sèches dans l'aubier (nœuds, départ de branche).

Nos résultats sont proches de ceux rapportés dans la littérature (Mothe et Marchal, 2000). Les différentes humidités pour le bois de Douglas trouvées ont été rassemblées dans le tableau ci-dessous. Ces données sont classées suivant leur lieu de provenance.

Tableau III 1: Humidité du bois de Douglas dans la bibliographie

Lieu de prélèvement	Source	Humidité en %	
		Aubier	Duramen
USA (natif) Arbre côtier	Kollmann et côté, 1968	115	37
Autriche (introduit)	Teischinger et Krenn, 1985	60 à 118	26 à 34
Allemagne (Introduit)	Hecker, 1995	128 à 156	30 à 35
	Mothe, 1994	110 à 160	25 à 35
Italie (Introduit)	Mothe, 1994	130 à250	35 à 45
France (Introduit)	Mothe, 1994	120 à 165	35 à 45
Grande-Bretagne (introduit)	Chalk et Bigg, 1956	112 à 171	31 à 36
Nouvelle Zélande (introduit)	Crown, 1992	100 à 140	40 à 55

Les courbes les plus représentatives de la variation du pourcentage d'humidité, issues de la littérature, ont été rassemblées ci-dessous dans les figures III.15 ; III.16 ; III.17.

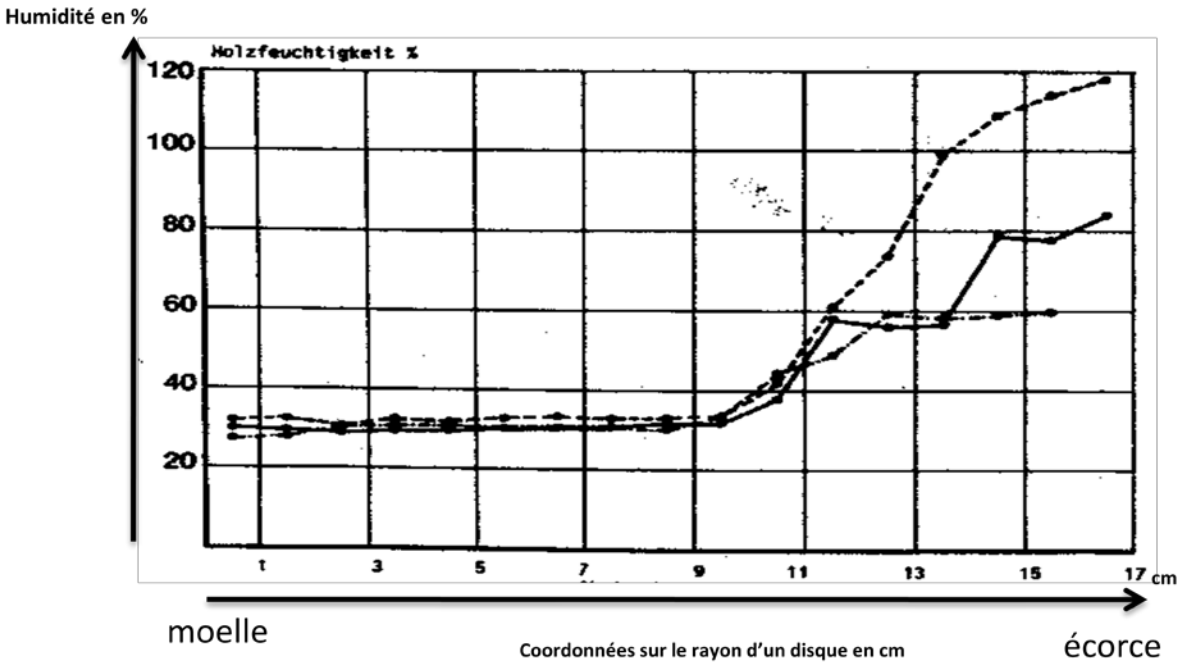


Figure III 15: *Evolution de l'humidité dans trois Douglas Autrichien (du cœur vers l'écorce)* (Teischinger et Krenn, 1985)

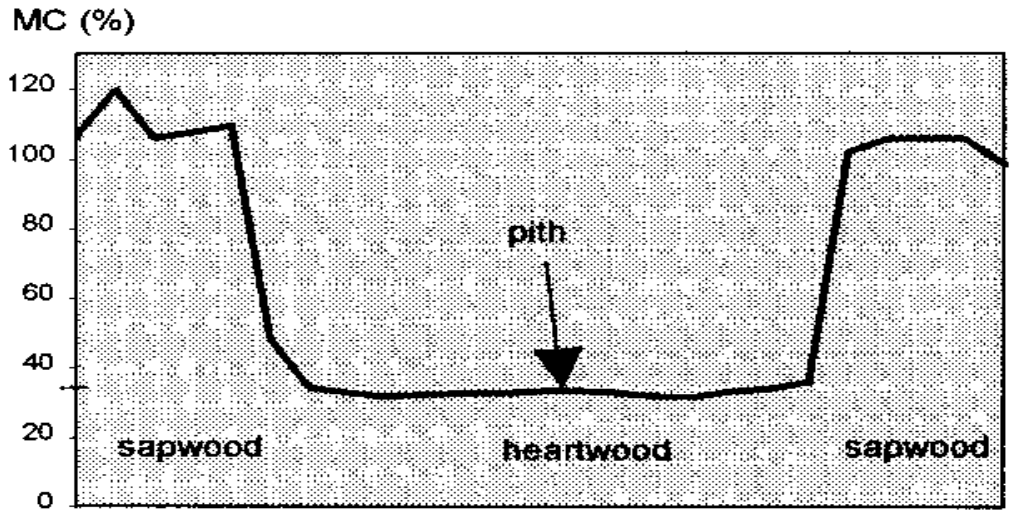


Figure III 16: *Evolution de l'humidité dans un Douglas Allemand (Hecker 1995)*

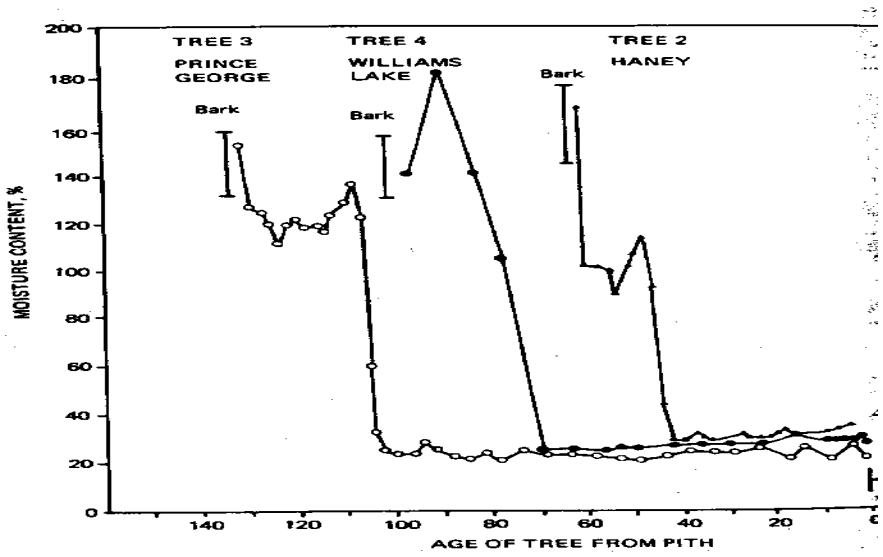


Figure III 17: *Evolution de l'humidité dans trois Douglas Nord Américain (Du coeur vers l'écorce)* (Kollman et Côté, 1968)

Ces courbes et les données rassemblées dans le tableau III.1 montrent que le bois de Douglas vert possède une humidité hétérogène. Il passe d'une humidité supérieure à 100 % dans l'aubier à une humidité comprise entre 30 et 40 % dans le bois de cœur. Cette répartition hétérogène peut aussi s'observer au niveau local avec des zones sèches présentes même dans l'aubier. Les phénomènes de sécheresse, aussi bien au niveau local qu'au niveau du bois de cœur sont à l'heure actuelle et à notre connaissance, sans explication.

III.9.2. Cinétique de prise d'eau de l'arbre sélectionné

L'étude de la cinétique de prise d'eau est menée sur deux billons verts de 50 cm de longueur et de 20 cm de diamètre de duramen de Douglas (aubier purgé par un déroulage préalable). Les résultats détaillés des techniques mises en application pour cette partie, sont présentés sur la figure III.18.

On peut constater sur le graphique que la reprise de masse est faible pour l'ensemble des expériences. En effet, pour le trempage dans l'eau froide, la reprise de masse n'est que de 7 % en 360 h de trempage (environ 2 semaines). Pour le trempage dans l'eau chaude, la reprise de masse augmente légèrement mais elle reste assez insatisfaisante (12 % en 2 semaines).

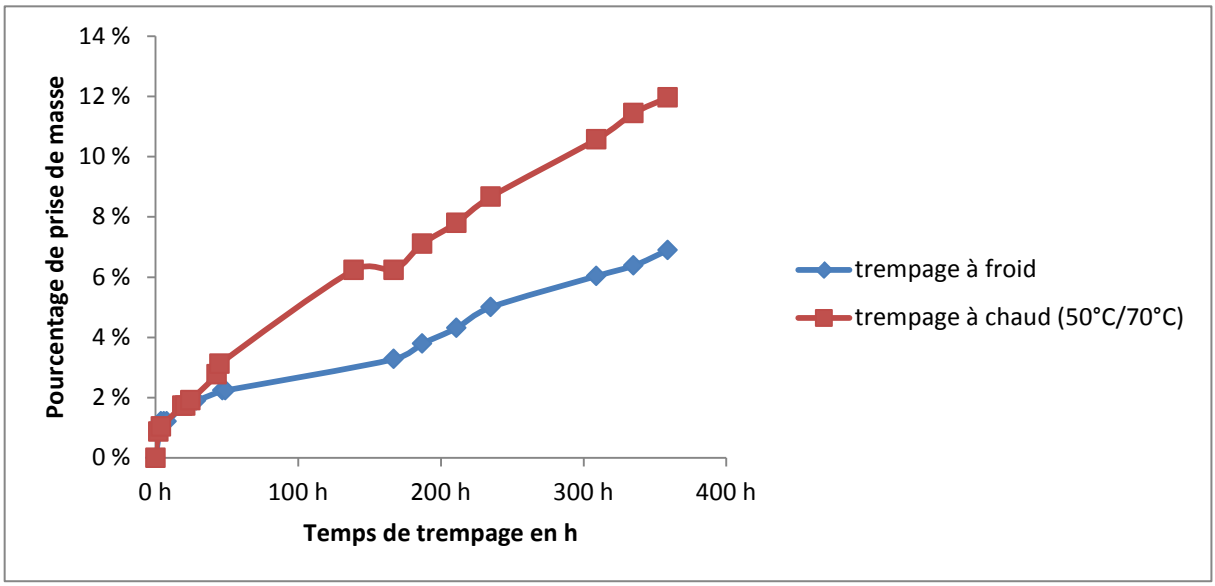


Figure III 18: *Cinétique de la reprise d'eau dans un billon frais de duramen de Douglas*

Au bout de trop long pour un processus industriel, la saturation ou une amorce de saturation n'est pas observée. D'autre part l'étude du chapitre précédent à bien mis en évidence la très faible pénétration axiale de l'eau. La reprise en eau se concentrant à proximité des surfaces d'entrée. L'eau rentre donc peu et lentement dans le duramen. Ces résultats confirment une des particularités du Douglas : Sa faible imperméabilité à cœur.

Nous avons dans un premier temps caractérisé l'arbre dédié à l'étude. Ces caractéristiques correspondent parfaitement à celles que l'on peut attendre d'un Douglas soit une très forte hétérogénéité de la répartition d'humidité entre aubier et duramen et un duramen très difficilement imprégnable.

Comme notre objectif est de faire pénétrer de l'eau dans le duramen du Douglas d'une manière homogène à au moins 50 % d'humidité. Nous allons voir dans ce qui suit les résultats des solutions proposées.

III.9.3. Essais de trempage

Afin de dresser une répartition type de l'humidité dans le bois de Douglas et résumer les règles régissant cette répartition, il fallait évaluer les différentes méthodes permettant une reprise d'eau, tout en se donnant les moyens de mieux comprendre le phénomène.

Dans cette optique, le protocole a été conçu autour d'une série de manipulations mise en place puis appliquée à des échantillons de 20 x 20 x 120 mm^3 en RTL. A la fin du cycle d'imprégnation, chaque éprouvette été coupée en petites plaquettes de 4-5 mm d'épaisseur comme décrit dans le paragraphe III.2.2.Sur chaque plaquette nous avons calculé le taux d'humidité.

III.9.3.1. Trempage simple dans l'eau chaude

Rappelons que nous avons travaillés sur des éprouvettes à l'état frais (32 % d'humidité) de duramen de 20 x 20 x 120 mm^3 en RTL. Le trempage a été effectué dans 5 températures d'eau différentes (50, 60, 70, 80 et 90°C) et pour deux durées fixées (5 et 22 h). Rappelons aussi que le temps de 22 h a été choisi sur la base de l'étuvage effectué sur des billons industriels qui, selon les espèces, varie entre 12 et 24 h en général. Le temps de 5 h est considéré comme le temps minimal nécessaire pour une imprégnation des petites éprouvettes.

Les résultats d'imprégnation obtenus sur les échantillons trempés à différente température, puis découpés transversalement (RT) en petites plaquettes de 4 - 5 mm d'épaisseur sont regroupés dans le tableau III.2. On peut constater que pour 5 heures de trempage et une température comprise entre 50 et 90 °C, l'humidité dans le centre des échantillons reste faible (entre 30 % et 40 %). Aux extrémités, le taux d'humidité est plus important (entre 46 et 54 %), on atteint les 50 % souhaités à cœur à partir de 90°C du bain de trempage pour 5 heures de traitement. La prolongation du traitement à 22h semble donner de meilleurs résultats et l'humidité désirée est atteinte à relativement basse température. Toutefois, ce temps de 22 h restait encore trop long pour une application facile en milieu industriel. D'autre part ces humidités sont globale, il est donc nécessaire de regarder en détail sa répartition axiale.

Tableau III .2 Moyenne de l'humidité le long de l'éprouvette par trempage en eau simple à différentes températures

Température de traitement	Localisation	Moyenne de l'humidité pour un traitement de 5h (%)	Ecartype	Moyenne de l'humidité pour un traitement de 22h (%)	Ecartype
50°C	Aux extrémités	46	1,2	46.9	0,9
	Sur la partie centrale	38.2	0,9	38.9	0,4
60°C	Aux extrémités	46.8	0.8	53.	0,8
	Sur la partie centrale	36.1	0,8	42.6	0,9
70°C	Aux extrémités	44.	0,6	65.3	1
	Sur la partie centrale	33.7	0,6	43.9	0,7
80°C	Aux extrémités	53.9	0,7	100.1	1.1
	Sur la partie centrale	33.5	0,3	54.8	0,9
90°C	Aux extrémités	111.9	1.5	112.2	1,3
	Sur la partie centrale	55.	0.8	64.9	0,9

La distribution de l'humidité suivant la longueur de l'échantillon, est présentée sur les figures III.19 et III.10. On peut constater que les taux d'humidité aux extrémités des éprouvettes s'étendant sur quelques millimètres seulement. En effet, la progression du liquide dans les trachéides parait être stoppée très rapidement. Une tension superficielle trop élevée ou l'aspiration de torus des ponctuations pourraient être à l'origine de cette mauvaise progression de l'humidité dans le bois. Nous retrouvons ici les résultats des profils déjà obtenus avec une imprégnation d'eau froide. La répartition est toujours très inégale et concentrée à proximité des surfaces d'entrée. Seul dans le cas à 90°C et 22 h des taux d'humidité acceptable sont atteint. Mais l'hétérogénéité de répartition de l'humidité risque très probablement de généré une hétérogénéité du processus de déroulage. La lame de tranchage n'exercera pas la même pression au centre et aux extrémités ce qui pourrait se traduire par des déchirements et une rupture du déroulé. En conclusion le trempage dans l'eau chaude améliore l'imprégnabilité avec un taux d'humidité global à la hausse, mais la répartition très inégale de l'humidité, conséquence d'une très mauvaise imprégnabilité, ne permet pas d'obtenir des conditions améliorée pour le procédé de déroulage du bois.

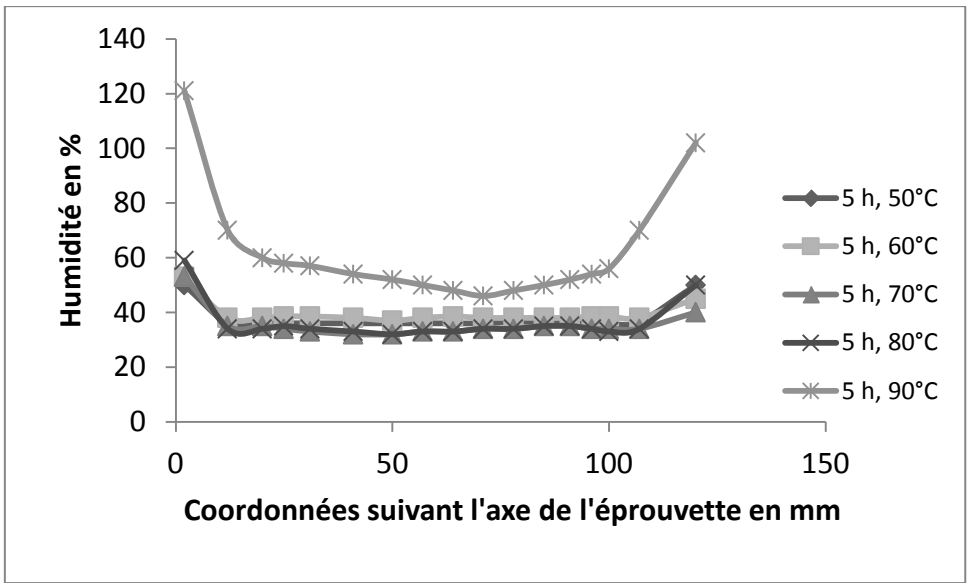


Figure III 19: *Humidité à après 5 h de trempage simple dans l'eau à différentes températures*

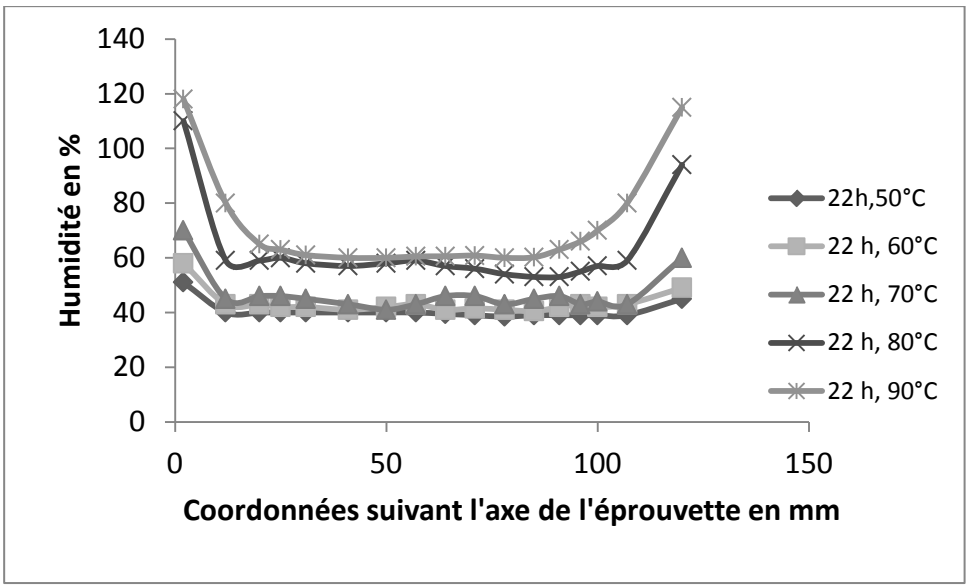


Figure III 20: *Humidité après 22 h de trempage simple dans l'eau à différentes températures*

III.9.3.2. Procédure de chaud/froid

La procédure chaud/froid décrite dans le paragraphe III.5 est appliquée sur des échantillons verts de duramen de 20 x 20 x 120 mm^3 en RTL. Ce procédé aboutit également à une faible reprise d'eau dans le duramen de Douglas. Les résultats présents dans le tableau III.3 montrent la reprise globale d'humidité. La figure III.21 montre la distribution de l'humidité sur le volume de l'éprouvette, obtenue toujours sur des plaquettes de 4 - 5 mm d'épaisseur. On peut observer sur l'ensemble des résultats une faible humidité dans la partie centrale de l'échantillon.

La pénétration du liquide par les trachéides parait être augmentée en fonction de la température, essentiellement à partir de 70 - 80°C. Toutefois, cette évolution reste faible et insuffisante, rappelant qu'une humidité homogène supérieure à 50 – 55 % est souhaitée.

Tableau III.3 Moyenne de l'humidité le long de l'éprouvette par la procédure chaud/froid

Température de traitement	Localisation	Moyenne de l'humidité (%)	Ecartype
50°C	Aux extrémités	84.46	1,8
	Sur la partie centrale	34.35	0,9
60°C	Aux extrémités	109.48	0.8
	Sur la partie centrale	37.84	0,7
70°C	Aux extrémités	135.05	0,5
	Sur la partie centrale	40.4	0,8
80°C	Aux extrémités	147.76	0,7
	Sur la partie centrale	44.83	0,3
90°C	Aux extrémités	167.28	1.1
	Sur la partie centrale	52.16	0.9

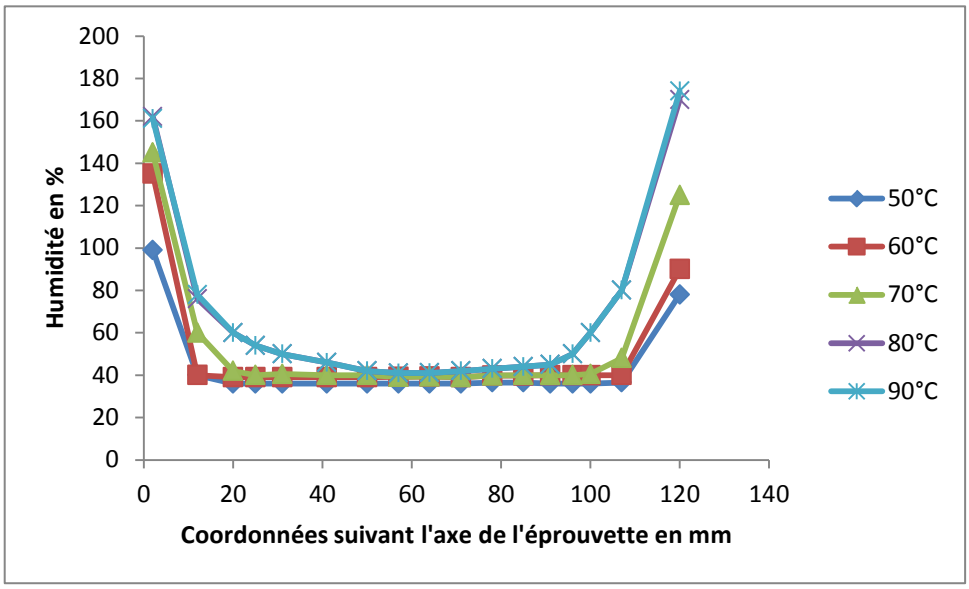


Figure III 21: *Evolution de l'humidité par traitement chaud – froid à 50°C*

Ces résultats sont similaires à l'étude précédente (imprégnation à l'eau chaude). La répartition trop inégale est concentrée à proximité des surfaces d'entrée. A partir de 70°C on note un effet du procédé chaud-froid. Mais l'hétérogénéité de répartition de l'humidité ne permet pas, encore ici, d'obtenir des conditions améliorées pour le procédé de déroulage du bois.

III.9.3.3. Utilisation des tensio-actifs

Pour essayer d'augmenter la perméabilité du Douglas à l'eau, nous avons eu recours aux tensio-actifs afin d'abaisser la tension superficielle de l'eau et ainsi augmenter la mouillabilité du Douglas.

Un tensioactif ou agent de surface ou surfactant est un composé qui modifie la tension superficielle entre deux surfaces. Les composés sont des molécules amphiphiles, c'est-à-dire qu'elles présentent deux parties de polarité différente, l'une lipophile(qui retient les matières grasses) et apolaire, l'autre hydrophile (miscible dans l'eau) et polaire.

III.9.3.3.1. Résultats relatifs aux angles de contact

Même si la mesure de la mouillabilité du bois reste une mesure délicate à mettre en œuvre en raison de l'aspect hétérogène et du caractère poreux du bois. Nous avons réussis à caractériser de la mouillabilité du Douglas par l'eau. Les mesures ont été effectuées sur des échantillons verts d'aubier et de duramen de 10 x 20 x 1 mm^3 en RTL. Les résultats de ce premier test ont montré que le bois de Douglas se comporte différemment selon la nature de son bois (aubier ou duramen). Le caractère hydrophobe du duramen est confirmé par des angles de contact souvent supérieur compris entre 76 et 105°, ces angles sont très proches de 90° voir même haut delà, marquant la limite des matériaux hydrophobes. En contre partie l'aubier présente un caractère hydrophile avec des angles de contact oscillants entre 30 et 46°. Les différents angles mesurés sont représentés dans le tableau III.4. Le caractère hydrophobe du Duramen est fortement pénalisant pour l'imprégnation d'eau. En effet pour des valeurs d'angles de contact supérieur à 90° le pompage capillaire, sous pression atmosphérique est nul.

Tableau III .4 : contact du bois de douglas

	Angle de contact à l'avancée du duramen de Douglas, [°]	Angle de contact à l'avancée de l'aubier de Douglas, [°]
Essai 1	94,1	40,1
Essai 2	82,3	45,7
Essai 3	105,0	30,0
Essai 4	76,0	32,0

III.9.3.3.2. Résultats relatifs aux tensio-actif

Pour tenter d'améliorer la mouillabilité du bois, nous souhaitons jouer sur la tension superficielle de l'eau en l'abaissant, par l'utilisation les tensio-actifs couramment utilisés dans l'industrie suivants :

- ✓ le BRIJ 30 de chez Sigma-Aldrich
- ✓ le TRITON SP-135 de chez Aldrich

La CMC (Concentration Micellaire Critique) de ces deux tensio-actifs est respectivement de 0,181 $g.l^{-1}$ et 0,036 $g.l^{-1}$.

Rappelons qu'en chimie, la concentration micellaire critique (CMC) est la concentration en tensioactif dans un milieu donné, au-dessus de laquelle des micelles se forment spontanément dans un modèle d'association fermée. C'est une caractéristique importante d'un tensioactif pur en solution. La propriété principale des tensioactifs est de pouvoir s'auto-organiser. Cette tendance est d'habitude caractérisée par la concentration micellaire critique (CMC). En dessous de la CMC, le tensioactif forme une couche en surface du liquide et le reste est dispersé dans la solution. Lorsqu'on augmente la quantité de tensioactif, sa concentration augmente de manière proportionnelle jusqu'à atteindre une valeur limite: la CMC. À partir de cette dernière le tensioactif ajouté forme des micelles sphériques. Au-delà de la CMC il est inutile de rajouter du tensioactif car la tension superficielle ne varie plus. Dans l'objectif d'une utilisation industrielle il est donc nécessaire de déterminer la CMC.

Avant d'étudier l'influence des tensioactifs sur l'imprégnabilité, nous avons donc caractérisé les solutions des produits surfactants. Les résultats que nous avons obtenus sur la modification de la tension superficielle en fonction de la concentration en tensioactifs ont donnés par le tableau III.5.

Tableau III .5 Mesures de tensions superficielles avec le TRITON SP-135

Concentration en g.l-1	Tension superficielle en mN.m-1
7,200000	28,27
3,600000	28,41
0,720000	28,74
0,360000	28,85
0,036000	29,59
0,007200	38,85
0,003600	44,37
0,000360	52,24
0,000036	69,70

La CMC est obtenue pour une concentration de TRITON SP-135 de 0,036 $g.l^{-1}$.

La même étude a été réalisée avec le BRIJ 30 (tableau III-6), nous avons obtenu un CMC de $5.10^{-3} g.l^{-1}$.

Tableau III .6 : Mesures de tensions superficielles avec le BRIJ 30

Concentration en $g.l^{-1}$	Tension superficielle en $mN.m^{-1}$
0,05000000	27,02
0,01000000	27,03
0,00500000	27,08
0,00100000	26,97
0,00050000	27,48
0,00005000	**29,43**
0,00000312	31,81
3,12E-07	38,97
3,12E-08	48,64
1,48E-09	64,81

Suite à la détermination de la CMC de nos 2 tensioactifs, des études sur la mouillabilité ont été réalisées avec le mélange eau/tensioactif. Les résultats sont très encourageant car nous obtenons quelque soit le nombre d'essais ou la nature du bois un angle de contact toujours égal à 0°. La mouillabilité du bois par le mélange eau/ tensioactif est donc considérablement augmentée puisqu'elle devient totale. L'eau associée au tensioactif recouvre en totalité le bois (aubier et/ou duramen). Dans ces conditions la pénétration du bois par pompage capillaire ne devrait donc pas poser de problème.

Pour nos expériences d'imprégnation nous avons choisi d'utiliser comme agent tensioactif le TRITON SP-135 pour des considérations économiques.

L'étude du comportement d'imprégnation de nos échantillons bois normalisés parle mélange eau/TRITON a été réalisé pour les trois températures suivantes : température ambiante, 50°C et 80°C.

La répartition de l'humidité au sein de l'éprouvette a été mesurée par la méthode de la double pesée sur des plaquettes de 4-5 mm d'épaisseur obtenues toujours par découpage des éprouvettes à la fin du cycle d'imprégnation. Les résultats sont présentés sur le tableau III.7 et les figures III. 22 et III.23.

Tableau III .7: Moyenne de l'humidité après traitement par les tensioactifs

Température de traitement	Localisation	Moyenne de l'humidité pour un traitement de 5h (%)	Ecartype	Moyenne de l'humidité pour un traitement de 22h (%)	Ecartype
T° ambiante	Aux extrémités	64.34	1,2	59.13	1,1
	Sur la partie centrale	28.21	0,4	34.85	0,5
50°C	Aux extrémités	39.33	0,8	54.42	0,7
	Sur la partie centrale	30.28	0,3	38.59	0,5
80°C	Aux extrémités	51	1	104.99	1,1
	Sur la partie centrale	33.42	0,7	47.83	0,6

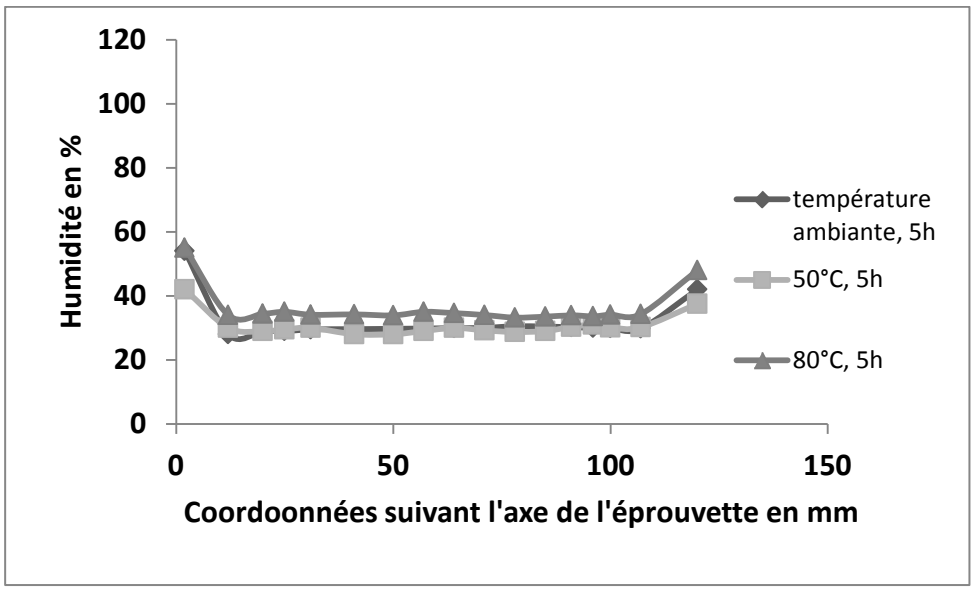


Figure III 22: *Humidité après 5 h de trempage dans la mélange eau/tensioactif et à différentes températures*

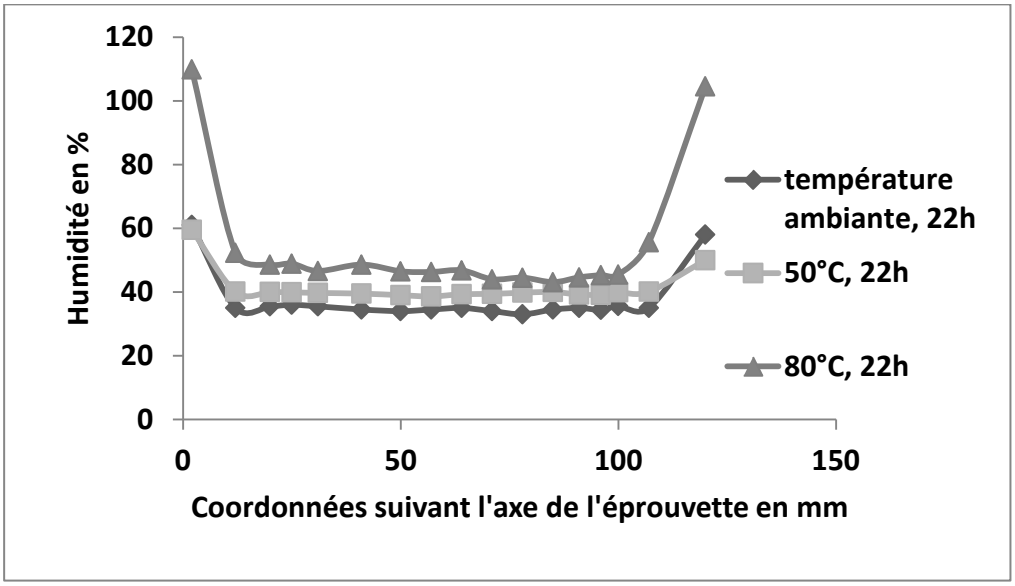


Figure III 23: *Humidité après 22 h de trempage dans la mélange eau/tensioactif et à différentes températures*

Malgré le fort abaissement de la tension superficielle de l'eau et donc l'augmentation de la mouillabilité, les résultats montrent, une fois de plus, que l'imprégnation du bois se limite aux surfaces d'entrée. L'eau pénètre donc le duramen de Douglas mais ne poursuit pas son chemin dans les trachéides capillaires et se limite à une pénétration de quelques millimètres.

Dans notre problématique d'imprégnation, la mouillabilité n'est de toute évidence pas le facteur limitant. Un autre paramètre empêche la progression de l'eau dans le bois de duramen.

III.9.3.4. Utilisation des ultrasons

Dans des conditions de laboratoire comme décrit dans le paragraphe II.7, des échantillons de duramen de 20 x 20 x 120 mm^3 en RTL ont été bombardés par des vagues d'ultrasons avec un appareil Ultrason Model VCX 400, de 400 Watts de puissance, d'une fréquence de 20 KHz et équipé d'une sonde d'un diamètre de 4 mm.

L'objectif étant, par effet de cavitation, de créer un chemin pour l'eau dans le duramen en détruisant par exemple les torus dans les ponctuations ; qui peuvent bloquer le passage d'une fibre à l'autre et ainsi limiter la progression de l'eau dans les trachéides.

Les échantillons ont été bombardés avec trois températures d'eau différentes (30, 50 et 80°C) pendant 22 h chacune.

Les résultats sont globalement décevants avec un taux d'humidité bas (30 – 34 %) dans la partie centrale pour les températures de traitement 30 et 50°C. L'humidité moyenne est, comme pour les autres essais, plus élevée aux extrémités. Nous avons surtout noté au niveau de l'extrémité directement soumise aux ultrasons une augmentation de la progression de l'humidité de l'ordre de 1cm. La distribution de l'humidité au sein de l'éprouvette est montrée sur la figure III. 24. Il semblerait que l'effet des ultrasons en réel, mais limité a de faible épaisseur. Le matériau bois joue le rôle d'absorbeur d'onde, les ultrasons ne se propagent pas très profondément dans le duramen.

Tableau III.8: Moyenne de l'humidité après application des ultrasons

Température de traitement	**Localisation**	**Moyenne de l'humidité (%)**	**Ecartype**
30°C	Aux extrémités	57,61	0,9
	Sur la partie centrale	30,24	0,4
50°C	Aux extrémités	55,57	1
	Sur la partie centrale	34,32	0,7
80°C	Aux extrémités	101,17	1,8
	Sur la partie centrale	51,75	0,6
80°C, vertical	Aux extrémités	131,84	1,9
	Sur la partie centrale	48,64	0,9

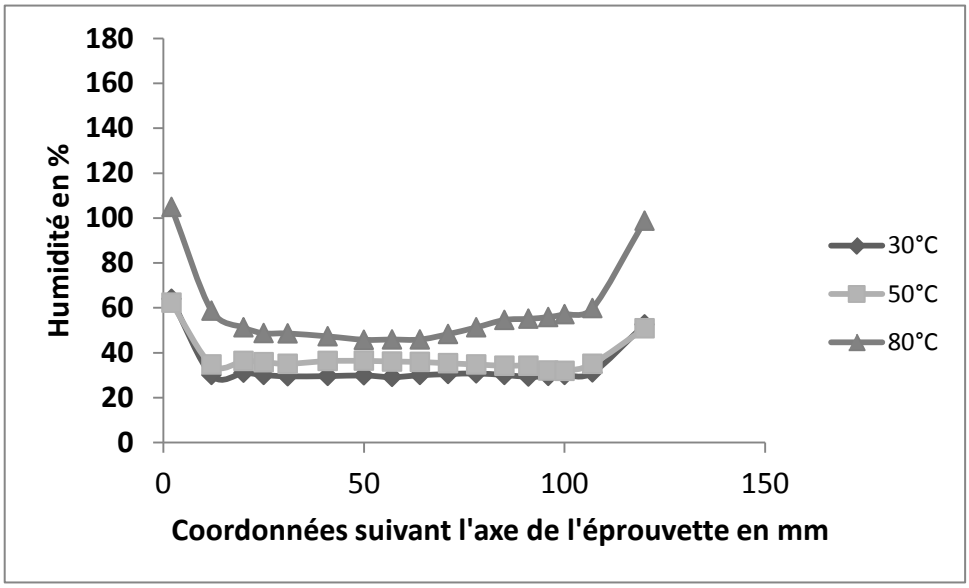


Figure III 24: *Evolution de l'humidité après traitement aux Ultrasons de 22 h*

III.10. Imprégnation par trempage des bois préalablement séchés

Ce paragraphe s'intéresse à l'influence d'un séchage préalable sur l'imprégnation par trempage. Des échantillons de duramen de 2 x 2 x 2 cm^3 , 2 x 2 x 4 cm^3 et de 2 x 2 x 6 cm^3ont été préparés suivant les conditions détaillées dans le paragraphe III.8.1. Le temps d'immersion varie entre 20 et 120 h, la température du bain est celle de l'ambiant. Les résultats obtenus ont montré que quelque soit le temps de trempage et quelle que soit la longueur de l'échantillon testé, que les échantillons qui ont subi un séchage préalable prennent plus d'eau par rapport aux reste des échantillons.

A 20 heures de trempage, l'humidité des échantillons séchés préalablement varie du simple au double voir au triple par rapport aux échantillons témoins. Pour les témoins, l'humidité ne dépasse guerre les 40% pour toutes les dimensions étudiées, alors que pour les éprouvettes séchées préalablement, l'humidité finale atteint des valeurs de 80 % à 20 heures de trempage, et 120 % après 92 heures de trempage. Trois modes séchage ont été utilisés : séchage thermique, sous vide et naturel.

Comme la montrent les figures III.25 et III.27, après 20 h d'immersion, les échantillons séchés préalablement possèdent déjà une humidité supérieure à 70 %. Exception faite des

échantillons séchés naturellement qui s'humidifient dans une moindre mesure à 58 %, Les témoins eux sont à moins de 40 % d'humidité finale. A partir de 92 h d'immersion, quelle que soit la taille de l'éprouvette, la reprise d'eau ne varie plus pour des échantillons séchés sous vide et par séchage thermique, l'équilibre de saturation des fibres semble être atteint. La reprise d'eau continue à augmenter pour des échantillons qui ont subi un séchage naturel comme pour les témoins.

Il semble donc évident que l'action de séchage par chauffage ou par le vide modifie le duramen de Douglas le rendant ainsi plus facilement imprégnable.

Pour les échantillons de faible longueur (figure III.25), on remarque qu'après 20 h d'immersion, les échantillons séchés préalablement passent de 80 à 100 % d'humidité et à partir seulement de 43heures d'immersion ils dépassent largement les 120 %. La reprise d'eau de ces derniers par rapport aux témoins est toujours deux fois plus forte à 20 h d'immersion et trois fois plus forte à 43 h d'immersion.

Les échantillons séchés naturellement se situent presque toujours en position intermédiaire entre les témoins et les séchés thermiquement et sous vide. Leur reprise d'humidité reste importante par rapport aux témoins.

L'influence de la longueur de l'échantillon sur la l'humidité globale après immersion est presque inexistante dans le cas de séchage thermique et plus importante pour les deux autres modes de séchage. Cela laisse supposer que la longueur de pénétration de l'eau ne se limite pas aux millimètres à proximité des surfaces d'entrée. Lorsque la longueur augmente (et donc avec la masse de l'échantillon), après immersion la quantité d'eau ayant pénétrée augmente également (le pourcentage est le même). Cela signifie que plus d'eau est entrée dans l'échantillon contrairement à l'ensemble de nos études précédentes où la quantité d'eau restait la même, bloquée dans le volume d'entrée proche des surfaces des plans transverses.

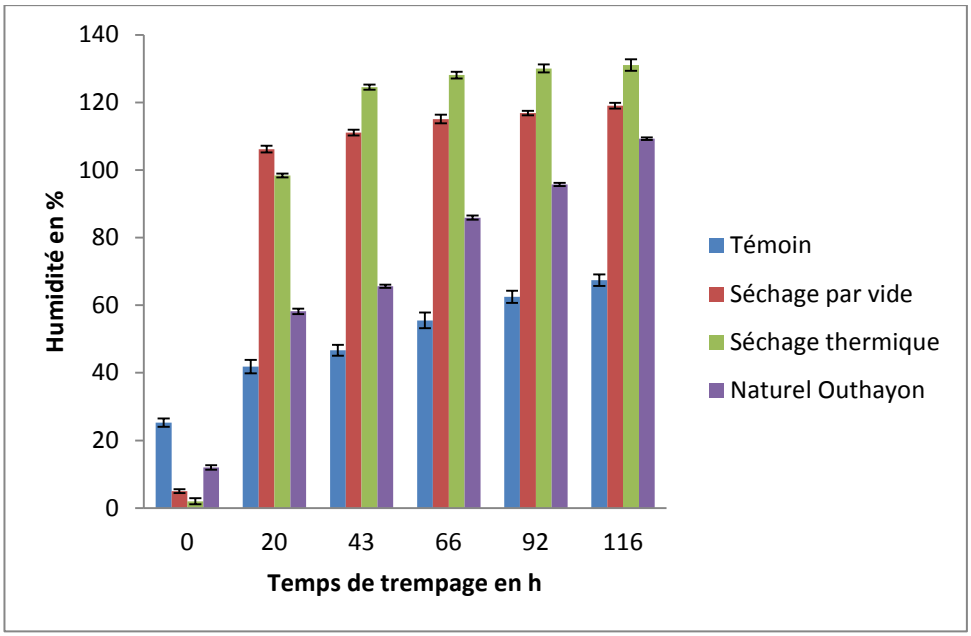


Figure III 25: *Reprise d'eau du duramen de Douglas pour différents modes de séchage et différents temps de trempage*

Echantillons de duramen vert de 2 x2 x 2 cm^3 en RTL

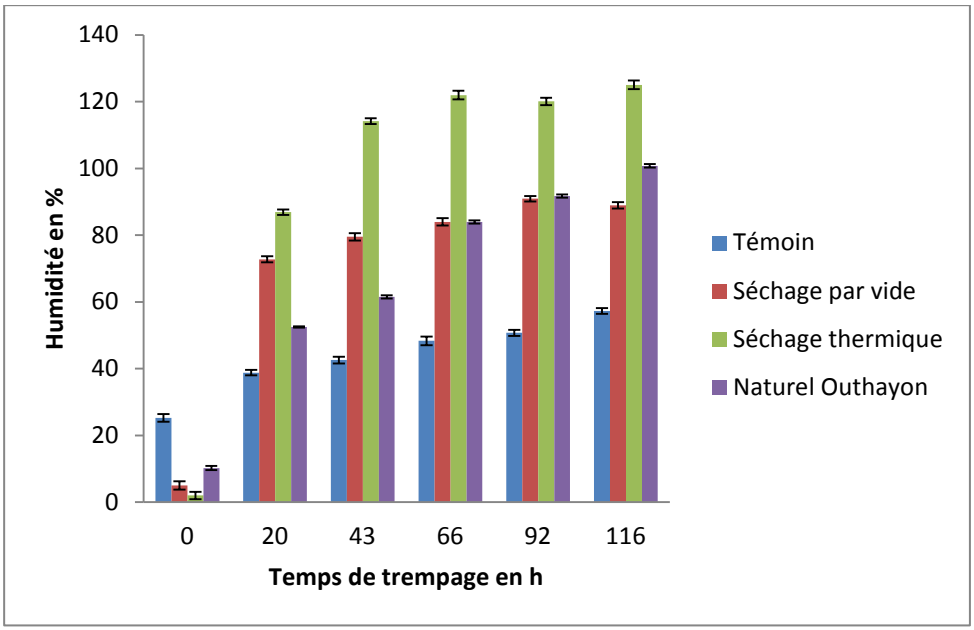


Figure III 26: *Reprise d'eau du duramen de Douglas pour différents modes de séchage et différents temps de trempage*

Echantillons de duramen vert de 2 x 2 x 4 cm3 en RTL

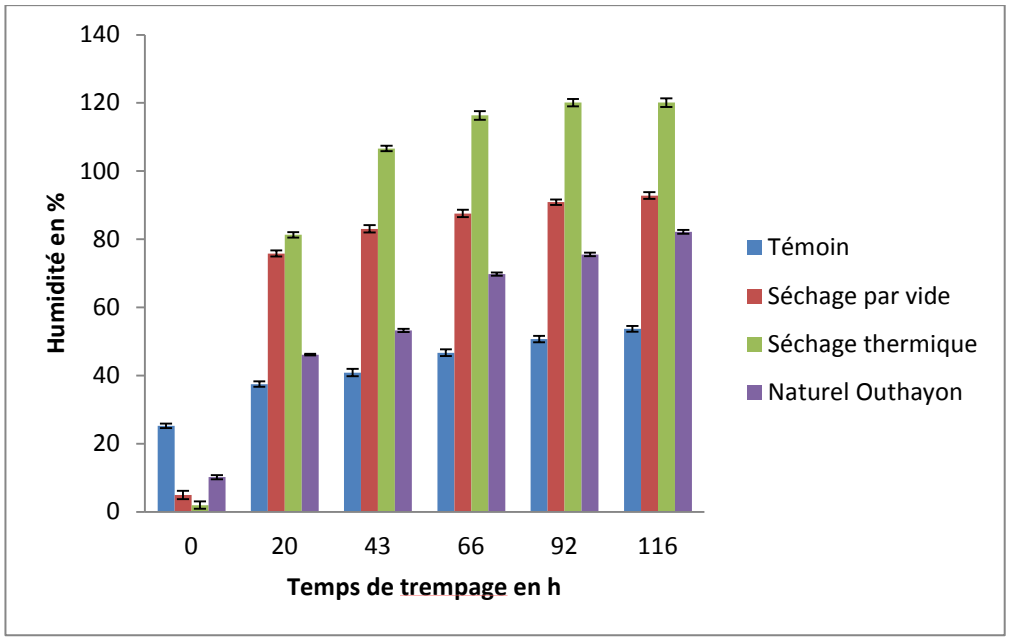


Figure III 27: *Reprise d'eau du duramen de Douglas pour différents modes de séchage et différents temps de trempage*

Echantillons de duramen vert de 2 x 2 x 6 cm3 en RTL

III.11. Conclusion du chapitre III

Ces essais nous ont permis de vérifier la grande difficulté qui existe pour faire pénétrer de l'eau dans le duramen du Douglas. Les résultats sont reproductibles et on constate toujours une évolution de l'imprégnabilité avec la température et le temps de traitement. On constate également qu'avec la procédure «chaud/froid » le taux d'humidité est le plus élevé aux extrémités.

Grâce aux tensio-actifs, nous avons réussi à rendre mouillable le duramen de Douglas. Ces produits abaissent la tension superficielle du liquide mais n'en améliore pas l'imprégnabilité du duramen.

L'utilisation d'ultrason améliore sensiblement la profondeur de pénétration de l'eau sur de trop faibles longueur et uniquement à proximité des surfaces exposées aux ondes.

Le traitement par séchage est pour sa part très prometteur. Séché thermiquement ou sous vide le duramen devient imprégnable atteignant ainsi une humidité de saturation des fibres. L'étude sur la longueur des échantillons permet de conclure que cette imprégnation n'est pas limitée à la proximité des surfaces d'entrée.

Il nous semble évident de poursuivre notre étude dans cette direction. Le séchage améliore considérablement l'imprégnabilité du duramen de douglas, il reste pour nous la nécessité d'en comprendre la raison.

L'étude menée dans le chapitre suivant testera l'hypothèse d'une modification du duramen par altération des torus présent dans les ponctuations. Leur disparition ou endommagement, ouvrant ainsi le passage d'une trachéide à l'autre, pourrait expliquer l'amélioration de l'imprégration à l'eau. Nous allons également investiguer la piste d'une dégradation thermique des extractibles naturels qui peuvent également être une barrière à la pénétration d'eau.

Chapitre IV

Chapitre IV : Compréhension de l'amélioration de l'imprégnabilité par séchage

IV.1. Introduction

Comme nous l'avons constaté dans le chapitre III, quel que soit le traitement et la technique utilisée, l'imprégnation du bois du duramen de Douglas reste insuffisante sauf pour les échantillons séchés préalablement. Le séchage a donné de bons résultats au niveau de l'amélioration de l'imprégnabilité.

Toutefois, il est nécessaire d'analyser l'influence de l'humidité résiduelle du bois (humidité d'équilibre). Ce paramètre est en relation avec le séchage, il pourrait jouer un rôle d'obstacle pour l'imprégnabilité chez les résineux. Si on diminue l'humidité du bois en dessous du point de saturation des fibres (PSF), l'imprégnabilité augmente et vis versa (Comstostok, 1968 ; Siau, 1984 ; Siau, 1995 ; Sheikh et Chun, 2009). En dessous du point de saturation des fibres (PSF), le départ de l'eau liée provoque souvent des changements de dimension (retrait radial et retrait tangentiel) et des déformations des cellules. Cela peut initier des microfissures au niveau de la paroi cellulaire et particulièrement au niveau des torus des ponctuations aréolées. Rappelons que les torus sont formés exclusivement des substances pecto-cellulosiques qui sous l'effet de la perte d'humidité, durcissent et perdent définitivement leur plasticité. Si nous continuons à baisser l'humidité vers l'état anhydre (0% d'humidité), par un séchage artificiel (séchoir thermique), l'accentuation des retraits (radial et tangentiel) pourrait provoquer l'éclatement même de torus (Elaieb *et al,* 2012).

L'humidité du bois est définie comme le rapport entre la masse de l'eau présente dans le bois et la masse du bois anhydre (sec), exprimé en pourcentage. L'eau dans le bois est présente sous trois formes. Pour une teneur maximale en humidité, on distingue la présence :

- d'eau de constitution qui entre dans la composition chimique des molécules ligneuses (cellulose, hémicellulose, lignine). Cette eau ne peut en sortir sans destruction du bois, elle reste présente même dans le bois qui se trouve à l'état anhydre.
- d'eau liée aux hémicelluloses et celluloses de la paroi cellulaire par des forces appelées ponts hydrogène

- d’eau libre qui occupe les vides cellulaires et intercellulaires. Cette eau circule librement.

Dés l’abattage de l’arbre, l’eau libre s’évapore progressivement en premier, jusqu’au point de saturation des fibres (PSF). Lorsque l'eau libre a entièrement disparu il ne reste que l’eau liée à la paroi. Pour la plupart des essences de bois le PSF se situe à une teneur en humidité d’environ 30 %. Au dessus de cette valeur les variations d’humidité ne provoquent pas de changements dimensionnels (gonflement ou retrait).

En dessous du PSF, le bois perd ou gagne de l’humidité (domaine hygroscopique) jusqu’à ce que la teneur en humidité soit en équilibre avec celle de l’air ambiant. Le changement de masse et de volume du bois dans le domaine hygroscopique, appelé aussi domaine retrait-gonflement, s’accompagne souvent par des retraits lors du séchage et des gonflements lors de l’humidification.

Le chapitre IV essaye principalement de répondre aux questions suivantes :

- Le séchage modifie-t-il l’anatomie du bois en causant des macro- ou des microfissurations au niveau de la paroi cellulaire et plus particulièrement au niveau des ponctuations aréolées ?
- Le séchage modifie-t-il la composition chimique du bois ?
- La variation d’humidité en dessous du PSF a-t-elle un effet sur l’imprégnabilité du bois ?

IV.2. Etude de l’influence de l’humidité du bois sur son imprégnabilité

IV.2.1. Matériels et méthodes

Afin d’étudier l’effet d’un séchage préalable sur les capacités d’imprégnation du bois, des expériences ont été menées avec des échantillons de duramen de Douglas à des taux d’humidité contrôlés. Les gammes d’humidités initiales du bois retenues sont 38 %, 20 %, 12 %, 6 % et 0 %. Les échantillons du bois à l’état vert sont conditionnés dans une enceinte climatique à température et humidité contrôlées. A partir de chaque humidité, nous avons suivi la cinétique d’imprégnation sur une dizaine d’échantillons.

L'effet de l'humidité est étudié selon les trois directions d'anisotropie du bois : radiale (R), tangentielle (T) et longitudinale (L) (figure IV.1). Une attention est également portée sur l'influence de la longueur de l'échantillon sur l'efficacité de l'imprégnation.

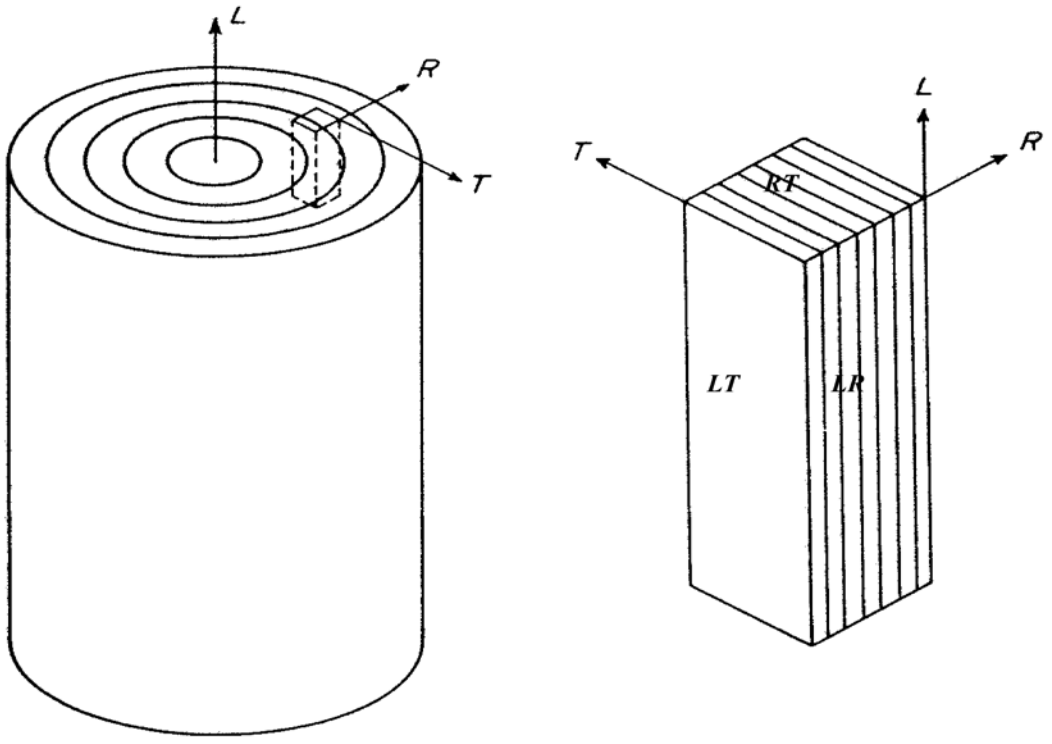


Figure IV 1 : *Les trois directions d'anisotropie du bois (RLT)*

IV.2.1.1. Echantillonnage et préparation des éprouvettes

Les échantillons pour cette étude sont prélevés à partir de deux billons de 50 cm de longueur (voir paragraphe III.2.1). Un quartier central de 10 cm de largeur dans la direction tangentielle a été coupé (figure IV.2). A partir du quartier nous avons prélevé des baguettes (figure IV.3) de dimensions 2 x 2 x 50 cm^3 respectivement dans les sens longitudinal, radial et tangentiel au niveau du duramen et de l'aubier. Les baguettes sont prises sur les mêmes cernes pour chaque position afin d'écarter le biais de l'impact de l'âge des cernes sur les mesures.

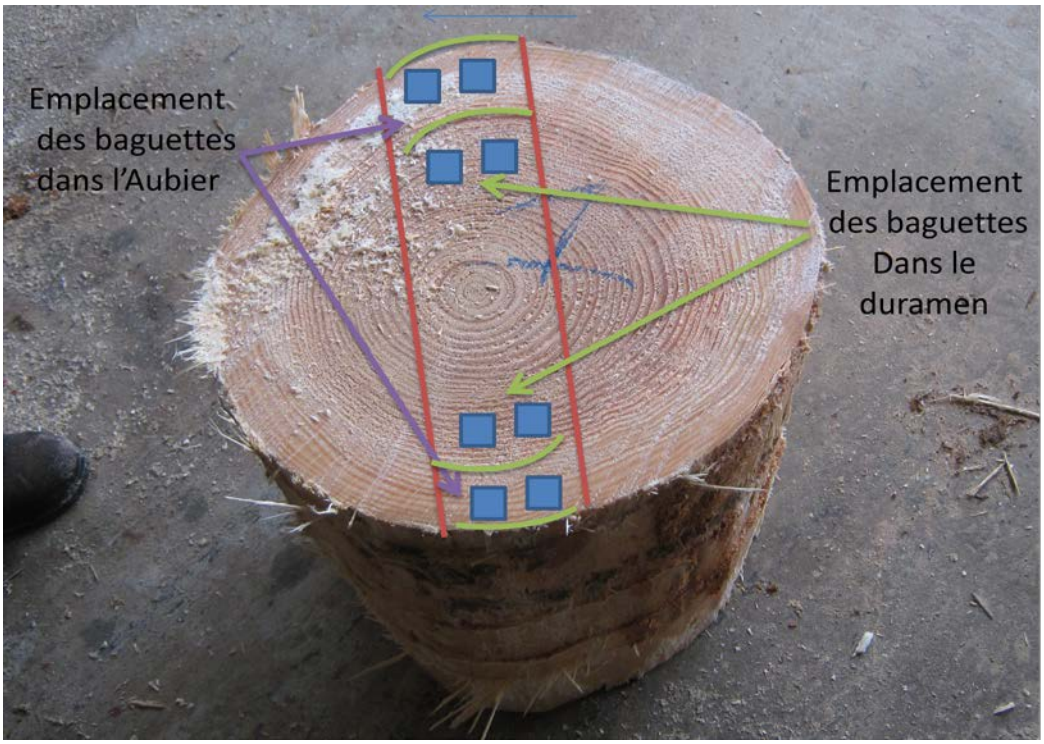


Figure IV 2: *Schéma du découpage des planches radiales à partir du billon*

Figure IV 3: *Baguettes sciées à partir des planches radiales*

A partir des baguettes, nous avons prélevé des éprouvettes jumelles. L'étude est réalisée sur des échantillons de trois longueurs (L) différentes : 2 cm, 4 cm et 6 cm (Figure IV.4). 10 éprouvettes ont été utilisées pour chaque longueur et pour chaque méthode.

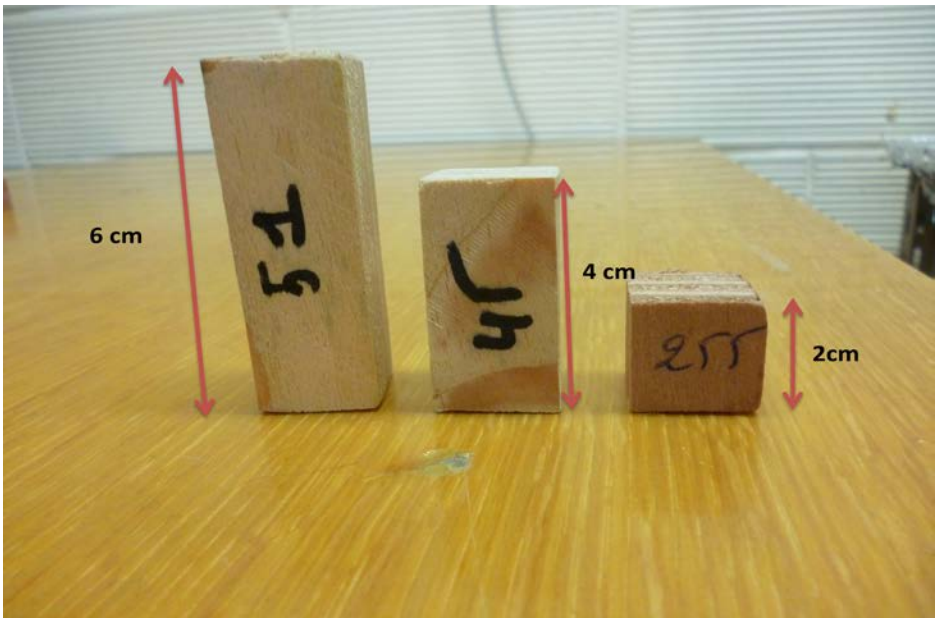


Figure IV 4: *Eprouvettes jumelles de même section et de longueurs différentes*

IV.2.1.2. Méthodes

Pour mieux comprendre la relation entre l'humidité résiduelle du bois et son imprégnabilité à l'eau, nous avons étudié cinq taux d'humidité de départ : 38 % (état vert), 20 %, 12 %, 6 % et 0 %. L'état anhydre (0 %) est obtenu de deux manières : dans un séchoir ventilé à 103°C et dans un four à conduction sous vide.

Dans cette campagne de mesure, nous avons cherché à mettre en évidence le caractère anisotrope du flux de transfert d'eau dans le bois. A cet effet, les échantillons utilisés ont subi l'application d'une couche de résine (araldite et de l'époxy (annexe 2) sur les faces à imperméabiliser afin de favoriser la direction considérée. Par exemple; la résine est appliquée sur les faces radiales et tangentielles pour mesurer l'imprégnation longitudinale (figure IV.5).

Figure IV 5: *Eprouvettes après application de la résine*

Il semble important de préciser que la résine utilisée ne pénètre pas à l'intérieur du bois et ne modifie pas la composition de l'eau d'imprégnation.

Cinq familles d'essais ont été mises en place :

- Expérience avec des éprouvettes Témoin (à l'état vert, 38 % d'humidité)

Les mesures ici sont effectuées avec des échantillons frais de duramen.

- Expériences avec des échantillons de 16 % d'humidité :

La préparation des échantillons est réalisée dans une enceinte de conditionnement à 20°C et 80 % d'humidité relative jusqu'à stabilisation de la masse.

- Expériences avec des échantillons de 12 % d'humidité :

Des échantillons sont conditionnés dans une enceinte climatique à 20°C et 54 % d'humidité relative jusqu'à stabilisation de la masse.

- Expériences avec des échantillons de 6 % d'humidité :

Les échantillons frais sont conditionnés dans une enceinte de climatique à 20°C et 22 % d'humidité relative jusqu'à stabilisation de la masse.

- Expérience avec du bois anhydre, séchage par convection :

Des échantillons sont séchés à 103° C pendant 48 heures dans une enceinte ventilée.

- Expérience avec du bois anhydre, séchage par conduction sous vide.

Des planches de bois de duramen de Douglas sont séchées sous vide, par conduction entre deux plaques chauffantes, dans un four pilote (figure IV.6). La température des plaques a été fixée à 103°C. La montée en température de 0,3°C.min^{-1} permet d'éviter la rupture du gradient d'humidité. Les échantillons sont prélevés à partir du bois anhydre.

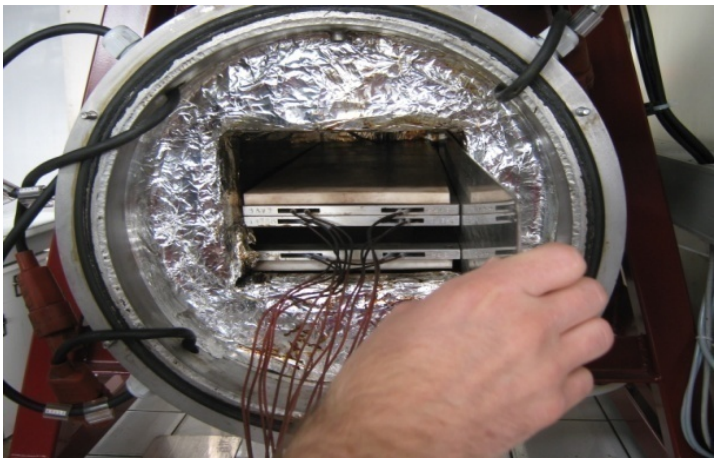


Figure IV 6: *Four conductif sous vide.*

IV.2.1.3. Mesure de la vitesse d'imprégnation

Pour caractériser la vitesse d'imprégnation sur les éprouvettes de section de 2 × 2 cm^2 (RT) quelle que soit la longueur, les grandeurs définies dans le chapitre précédent ont été utilisées (cf. III.8.2). Le débit volumique est déterminé à partir du volume d'eau absorbée en fonction du temps écoulé. Il est important de rappeler que le débit n'est pas calculé sur la section de passage effective (ponctuations et lumière des trachéides) dont la détermination serait très complexe. Le débit est estimé avec la section radiale-tangentielle des éprouvettes comme indiqué dans le paragraphe III.8.2.

IV.3. Etude de l'état des ponctuations aréolées chez le Douglas par Microscopie Confocale à Balayage Laser (CLSM)

La compréhension du l'effet du séchage préalable (naturel ou artificiel) du bois sur son imprégnabilité passe obligatoirement par l'étude du comportement des ponctuations aréolées au cours de ce séchage. Les ponctuations constituent la voie principale de communication entre trachéides chez les résineux. Chez le Douglas, elles sont caractérisées par leur aspiration au niveau du duramen (voir chapitre II.3). Cette aspiration commence à partir de l'abattage et continue au cours du séchage. L'amélioration de l'imprégnabilité après séchage pourrait être la conséquence de la réouverture des ponctuations suite au séchage ou bien de l'initiation des fentes et des microfissures au niveau de la paroi. L'observation des ponctuations avec le microscope confocal à balayage laser donne des images fiables in situe des cellules sans les modifier ou les altérer.

IV.3.1 Matériel et méthode

IV.3.1.1. Préparation des échantillons

Les observations par microscopie confocale à balayage laser sont réalisées sur du bois vert et du bois séché (séchage naturel ou thermique). Les dimensions des échantillons sont de 2 x 2 x 2 cm^3 (en RTL). Des coupes microtomiques, radiales et en tangentielles de 50 µm d'épaisseur ont été obtenues à partir de l'aubier et de du duramen.

Les coupes ont été réalisées à l'aide d'un microtome à glissière de marque MicroM HM440E, avec une lame jetable : N35 Mark FEATHER (Figure IV.7). Les coupes ainsi obtenues sont fixées entre lame et lamelle (Figure IV.8), avec l'ajout d'une goutte de l'huile d'immersion (Immersions oil : l'huile Leitz : indice de réfraction n =1,518 et une mesure de dispersion Ve = 44).

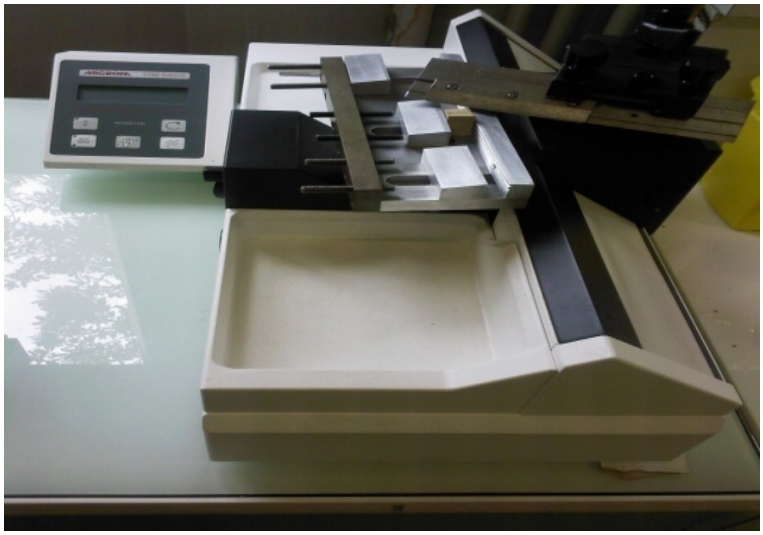


Figure IV 7: *Microtome à glissière utilisée*

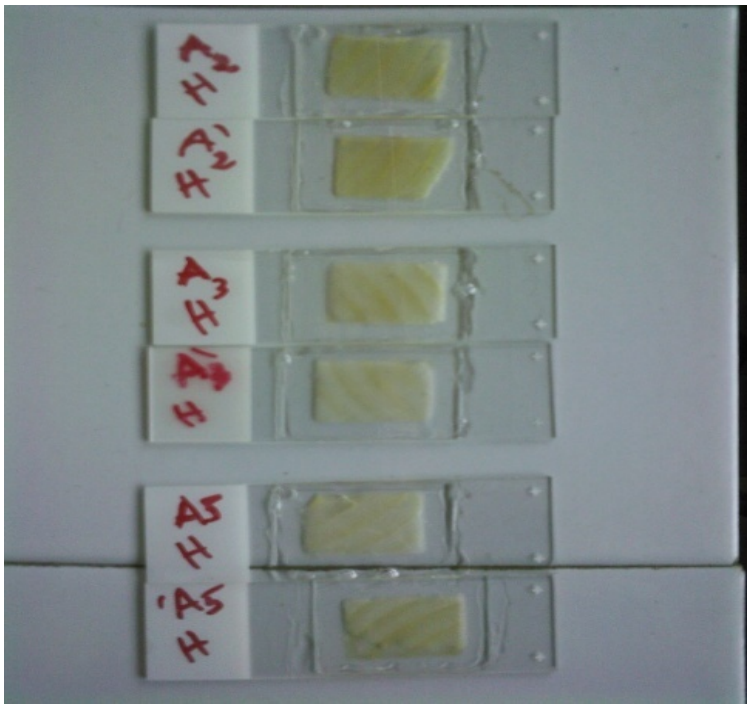


Figure IV 8: *Coupes microtomiques de 50 microns*

IV.3.1.2. Observations par Microscopie Confocale à Balayage Laser (CLSM)

Cinq coupes microtomique sont préparées par échantillon. Sur chaque coupe, des zônes montrant un ensemble de ponctuations aréolées ont été observées d'une manière aléatoire. Le pourcentage des ponctuations ouvertes est défini comme le rapport du nombre des ponctuations ouvertes (Nb $P_{ouvertes}$) sur le nombre des ponctuations totales observées (NbP_{Total}).

$$\% \, P \; ouvertes = \frac{\text{Nb P ouvertes}}{\text{Nb P Total}} \qquad (13)$$

La fermeture ou l'ouverture de la ponctuation est observée de façon plus sûre sur des coupes transversales. Les coupes radiales permettent de voir l'état du torus de ponctuation (déchirées, décollé ou fissurées).

Les observations sont réalisées par CLSM (Confocal Laser Scanning Microscopy) de Bio-Radiance 200, en utilisant l'objectif de grossissement 60 X (Apo-60). L'image est requise par l'utilisation du Laser de l'argon (Ar) à une résolution de 1024 x 1024 pixels de niveau de gris et une longueur d'onde de 488 nm d'excitation, avec un zoom numérique. Le scan s'effectue à une vitesse d'acquisition de 50 Hz, ainsi l'empilement des images scannées s'est effectué sur les 3 plans (x, y et z), avec z qui représente l'épaisseur de l'image considérée (figure IV.9).

Tout au long des observations au CLSM, les coupes effectuées au microtome sont rapidement fixées entre lame et lamelle avec l'ajout d'une goute d'huile, pour éviter l'altération des coupes. L'acquisition de l'image été rapide pour éviter la perte de l'auto-fluorescence de la lignine.

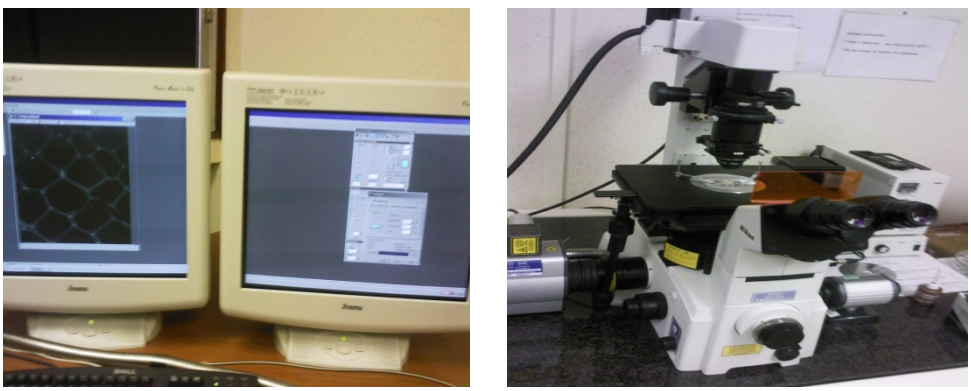


Figure IV 9: *Dispositif du CLSM (Confocal Laser Scanning Microscopy)*

IV.4. Analyse par Thermo-Désorption, Chromatographie gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (TD - GC - MS)

L'analyse par thermo-désorption, chromatographie gazeuse couplée à la spectrométrie de masse a pour objectif d'étudier l'effet du séchage thermique du bois sur sa composition chimique. L'amélioration de l'imprégnabilité par séchage thermique du bois vert à 103°C, pourrait avoir une explication physique (retrait des parois cellulaires), ou chimique (départ des molécules hydrophobes par exemple).

La composition chimique des extraits de l'aubier et du duramen du bois de Douglas sur des échantillons séchés au préalable a été étudiée dans le chapitre II de ce document. Pour identifier ce qui se passe de point de vu composition chimique entre l'état vert et l'état anhydre le bois a été séché par thermodesorption. Suivant le protocole 30 à 40 mg de sciure de bois (aubier ou duramen) vert de granulométrie comprise entre 0,2 et 0,5 mm ont été placés dans un tube de désorption thermique en verre (OD ¼ in x L 3 ½ in, Supelco) et centrés entre deux morceaux de laine de verre. Le traitement thermique (103°C) a été réalisé dans un système thermique Turbomatrix 300 Desorber (Perkin Elmer, USA).

La séparation et l'identification des produits ont été réalisées par chromatographie en phase gazeuse couplée à un spectromètre de masse (GC-MS) de type PERKIN ELMER CLARUS 500 piloté par le logiciel TurboMass v.5.4.2 disposant d'une base de données NIST MS Search 2.0 (2005). La phase stationnaire est une DB-SMS (longueur : 30 µm ; diamètre : 250 mm ; épaisseur du film : 0.25 µm) dans laquelle circule de l'hélium à 1mL. min^{-1}. Le premier programme du four est de 30 minutes, comprenant un palier à 100°C (10 min), puis 103°C (20 min), puis un deuxième programme d'une heure comprenant un palier à 100°C (10 min), puis 103°C (50 min). Ce système nous permet une séparation des différents extractibles via l'affinité de ceux-ci pour la phase stationnaire, puis une détermination des composés grâce aux masses des ions générés via le spectre de masse.

IV.5. Résultats et discussions

Il est important de comprendre les mécanismes d'écoulement de l'eau liquide dans les arbres vivants, ainsi que dans le bois fraîchement abattu ou scié. En effet, l'eau ne circule pas seule dans le bois, elle transporte des nutriments et des extraits chimiques intrinsèques du bois. Le départ de l'eau du bois peut impliquer l'accumulation des extractibles dans certains endroits tel que les ponctuations aréolées par exemple (Polge, 1982). Un dépôt d'extractibles près de la surface de sciages pendant le séchage par exemple a été détecté avec le pin radiata (*Pinus radiata*, Kreber *et al.*, 1998) et le pin sylvestre (*Pinus sylvestris*, Terziev 1995).

Lorsque le taux d'humidité du bois est au dessus du point de saturation des fibres (PSF) l'eau circule librement. Les voies d'écoulement de l'eau liquide peuvent varier entre les espèces de bois, en raison de différences dans leur structure anatomique. En outre, le débit de l'eau liquide peut être affecté par les variations de la teneur en humidité, il peut s'arrêter suite à la rupture de la colonne d'eau. La densité et les anomalies qui peuvent être présents dans le bois pourront, à leur tour, affecter le débit de l'eau. Les cellules du bois sont généralement allongées dans la direction axiale afin d'assurer en même temps le soutien mécanique ainsi que le transport de l'eau. C'est pour cette raison que durant le processus de séchage ou de ré-humidification, la résistance à la circulation de l'eau est plus grande dans les directions radiales et tangentielles que dans la direction axiale.

Le déplacement de l'eau dans le bois suivant ses trois direction d'anisotropie (RTL) peut être calculé en utilisant plusieurs méthodes, l'utilisation du scanner tomographique (Scheepers et al., 2007) ou la technique de RMN (Almeida *et al*., 2007) par exemple. Dans le cadre de ce travail, nous ne cherchons pas à comprendre l'écoulement de l'eau liquide dans le bois de duramen de Douglas. Nous souhaitons mesurer quelques grandeurs physiques telles que la vitesse d'imprégnation en fonction de l'humidité résiduelle du bois et la direction de l'écoulement sur des petits échantillons, à l'échelle de paillasse. Un autre objectif est de comprendre l'effet du séchage thermique sur la composition chimique du bois. La capacité du bois d'être pénétré par l'eau doit également être caractérisé. Le chapitre s'appuie sur l'état des éléments anatomiques tels que les ponctuations aréolées pour expliquer l'impregnabilité.

IV.5.1 Cinétique de la reprise d'eau longitudinale sur du bois de Douglas en fonction de l'humidité initiale du matériau

IV.5.1.1 Caractérisation de l'imprégnabilité axiale

Ce paragraphe s'intéresse à la détermination de l'imprégnabilité du duramen de Douglas dans la direction axiale (ou longitudinale) du bois. Comme mentionné précédemment, les faces radiale et tangentielle des éprouvettes ont été imprégnabilisées par l'application d'une couche de résine. Les figures IV.10 à IV.12 présentent l'évolution de l'humidité en fonction du temps de trempage et de l'humidité initiale comprise entre 0 et 38% des échantillons de section 2 × 2 cm^2 (RT). Trois longueurs différentes (L) ont été utilisées pour étudier les phénomènes de transfert dans la direction axiale du bois.

Les résultats montrent un effet très significatif de la longueur de l'échantillon sur la pénétration de l'eau. Pour la longueur maximale de l'échantillon (6 cm, figure IV.10) on remarque que les échantillons témoins restent les plus humides pendant toute la période du trempage (224 h). L'effet du séchage n'apparait qu'à partir de 97 h de trempage où les échantillons séchés par conduction jusqu'à l'état anhydre se placent au même niveau d'humidité que les échantillons ramenés à 20 % d'humidité.

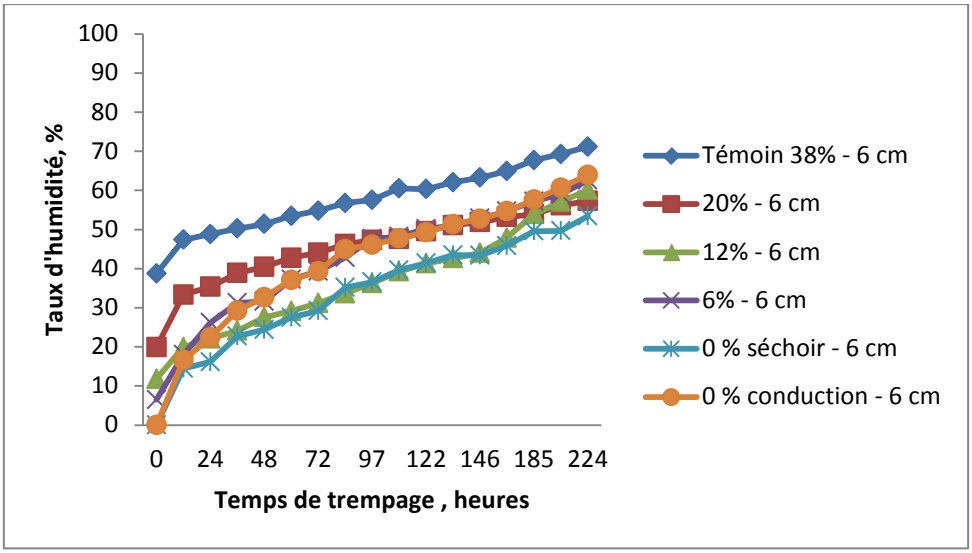


Figure IV 10 : *Cinétique d'imprégnation longitudinale en fonction de l'humidité résiduelle d'échantillons de 2 x 2 x 6 cm^3*

Pour des échantillons dont la longueur est égale ou inférieure à 4 cm, l'effet de l'humidité résiduelle commence à apparaitre plus clairement (figure IV.11). Après 97 h d'immersion, les échantillons séchés jusqu'à l'état anhydre par conduction atteignent le même niveau d'humidité que les échantillons témoins. Après 97 h d'immersion, les échantillons ramenés à 6 % d'humidité dépassent le taux d'humidité atteint par des éprouvettes d'humidité résiduelle de 20 %, 12 % et 0 %.

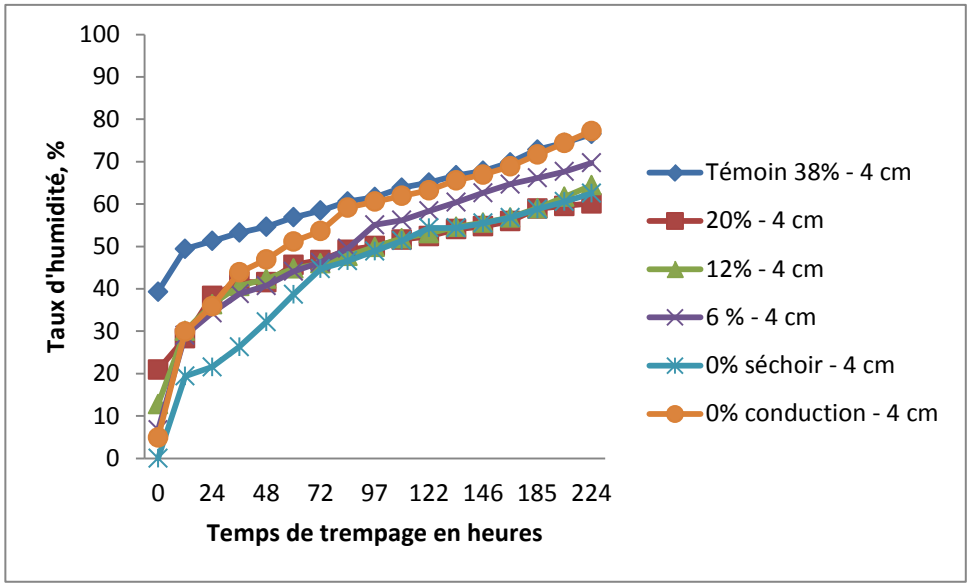


Figure IV 11: *Cinétique d'imprégnation longitudinale en fonction de l'humidité résiduelle d'échantillons de 2 x 2 x 4 cm*^{3}

Pour 2 cm de longueur, après seulement 36 h d'immersion, les échantillons séchés par conduction atteignent le même taux d'humidité que les témoins et présentent les valeurs les plus élevées à partir de 72 h de trempage (figure IV.12). Les échantillons séchés par convection, par contre, à partir de 72 h d'immersion atteignent l'humidité des témoins et jusqu'à la fin du cycle se comportement comme les témoins. On trouve en quatrième position les éprouvettes de 6 % d'humidité. Finalement viennent les échantillons ramenés à 12 % et 20 % d'humidité.

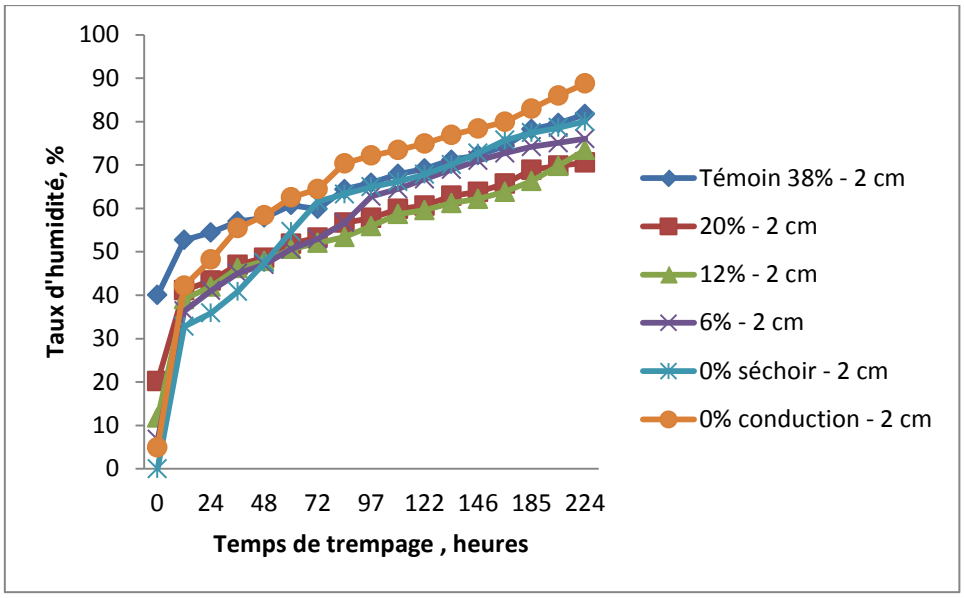


Figure IV 12: *Cinétique d'imprégnation longitudinale en fonction de l'humidité résiduelle d'échantillons de 2 x 2 x 2 cm*^{3}

Les Figures IV.13 à IV.15 présentent les vitesses d'imprégnation moyenne pour chaque longueur étudiée et pour les différentes humidités de départ. Rappelons que la vitesse de d'imprégnation ($m.s^{-1}$) à été calculée comme le rapport du débit volumique sur la section totale de l'échantillon. La vitesse maximale est observée pour les trois longueurs après 15 heures d'immersion. Le tableau IV.1 récapitule les résultats des vitesses moyennes d'imprégnation obtenues sur les échantillons étudiées après 224 h d'immersion.

La vitesse d'imprégnation est plus élevée pour les échantillons séchés (par convection ou par conduction) avec une vitesse plus importante pour les échantillons séchés par conduction.

Tableau IV 1: Vitesses moyennes d'imprégnation à l'eau en fonction de la longueur d'échantillon et de leur humidité résiduelle

Echantillons de 2 x 2 cm^2 de section

Vitesse moyenne d'imprégnation maximale m,s^{-1} .$10E^{-8}$ (24 h d'immersion)						
Humidité résiduelle en %	**38**	**20**	**12**	**6**	**0/Convection**	**0/Conduction**
Longueur 2 cm	**2,92**	5,39	7,61	6,42	**7,65**	**8,11**
Longueur 4 cm	**2,28**	4,12	5,63	6,04	**5,83**	**8,42**
Longueur 6 cm	**1,9**	3,33	4,09	4,79	**5,63**	**6,89**

L'influence de la longueur de l'échantillon sur l'imprégnabilité longitudinale a été étudiée par plusieurs auteurs. Il ya ceux qui ont trouvé que le flux est indépendant à la longueur d'écoulement (Banks, 1970 ; Milota *et al*, 1995) et ceux qui ont constaté une diminution de flux avec une augmentation de la longueur (Meyer, 1971 ; Siau, 1971 ; USTA, 2001). Dans notre étude, la longueur a montré un effet remarquable sur l'écart entre les vitesses d'imprégnation. Cet effet se traduit par un éloignement entre les courbes relatives à chaque valeur d'humidité résiduelle (IV.13 à IV.15) avec l'augmentation de la longueur des échantillons.

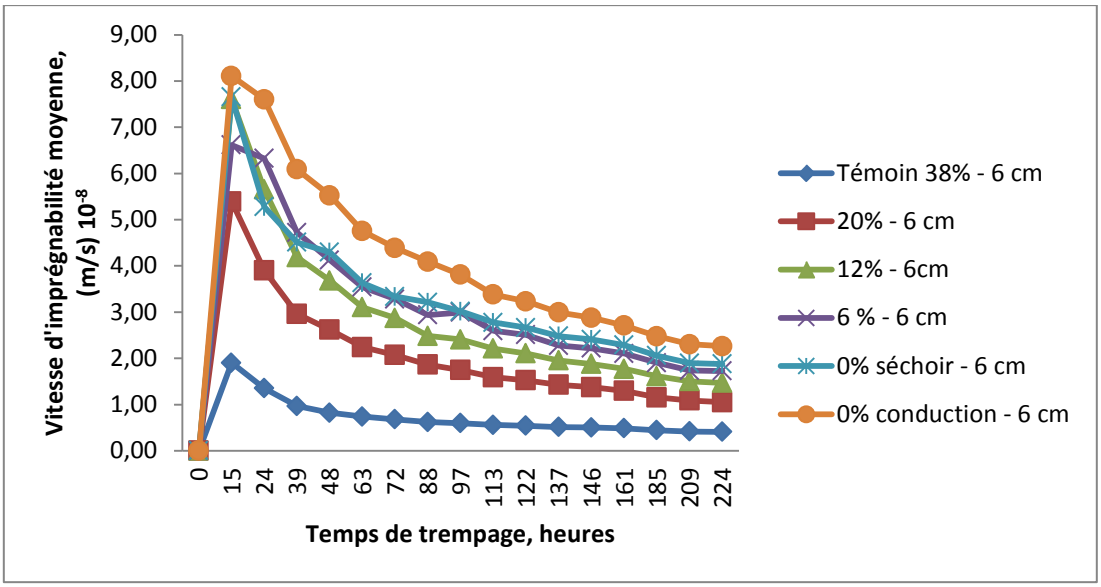


Figure IV 13: *Vitesse d'imprégnation longitudinale en fonction de l'humidité résiduelle pour échantillons de 6 cm de 2 x 2 x 6 cm³.*

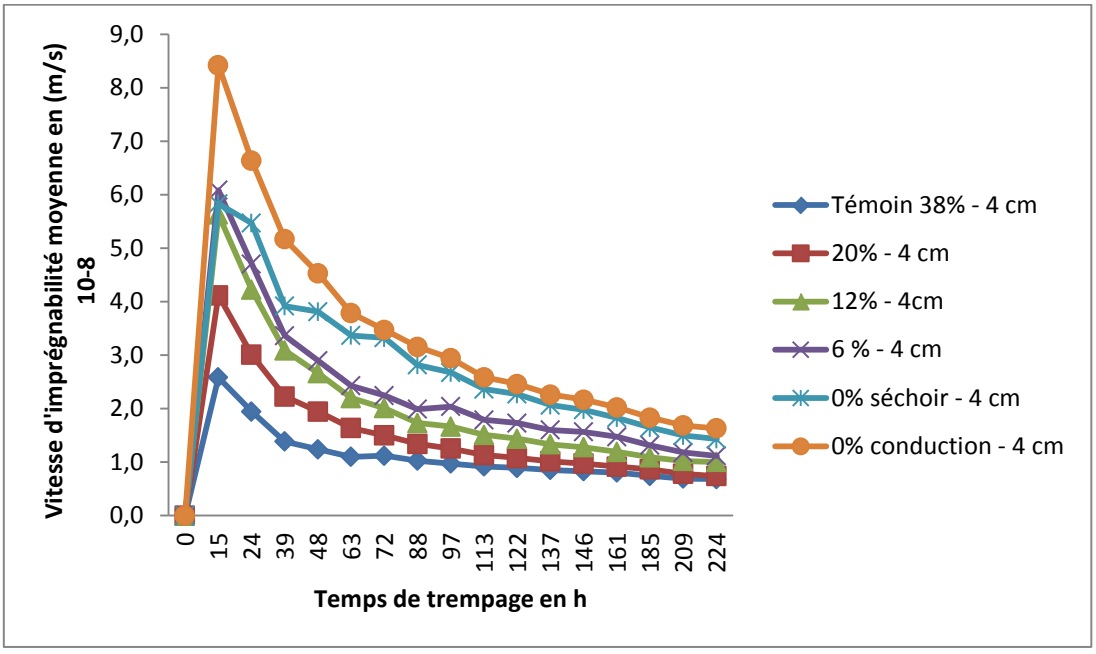


Figure IV 14: *Vitesse d'imprégnation longitudinale en fonction de l'humidité résiduelle pour échantillons de 4 cm de 2 x 2 x 4 cm³*

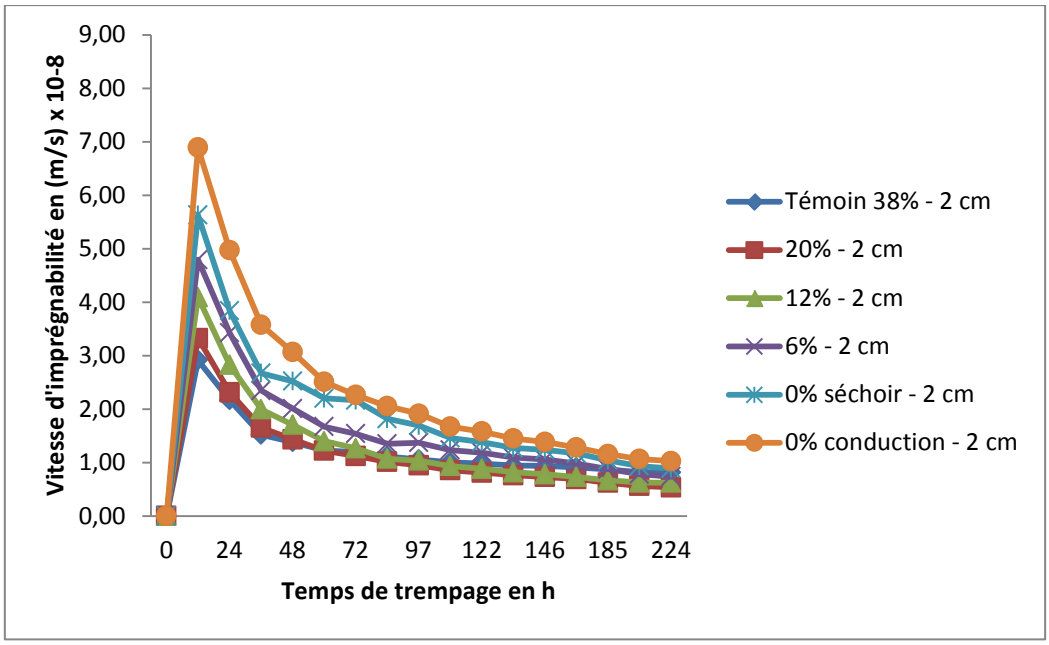


Figure IV 15: *Vitesse d'imprégnation longitudinale en fonction de l'humidité résiduelle pour échantillons de 2 cm de 2 x 2 x 2 cm*^{3}

Le séchage thermique n'a montré d'amélioration significative sur l'imprégnabilité longitudinale et par la suite sur le taux d'humidité finale des échantillons de bois de duramen de Douglas que pour des longueurs égale ou inférieur à 2 cm. C'est vrai que nous n'avons pas effectué des expérimentations sur des longueurs inférieures à 2 cm, mais le fait de l'existence d'une corrélation négative entre le taux d'humidité final des trois longueurs étudiées nous permet d'avancer cela.

Concernant l'influence de l'humidité du bois (entre l'état anhydre et l'état vert : 6 % ; 12 % et 20 %) sur son imprégnabilté longitudinale est non significative, elle n'est en aucun cas meilleure que l'imprégnabilité longitudinale à partir de l'état vert. Mais nous avons constaté que l'imprégnabilité longitudinale à partir de 6% d'humidité du bois est significativement plus importante que ceux observées à partir de 12 et de 20 % d'humidité du bois (figure IV.10 à IV.12). Cela est valable pour les trois longueurs étudiées. Actuellement nous ne disposons d'aucune explication pour ces observations.

IV.5.1.2. Importance de l'imprégnabilité transversale

IV.5.1.2.1. Cinétique de la reprise d'eau du duramen de Douglas en fonction de la direction d'imprégnation

Rappelons que l'étude de l'imprégnation à l'eau a été effectuée sur des échantillons de duramen de Douglas séché préalablement pendant 48 h à 103°C. Les échantillons sont de 2 x 2 cm^2 de section (RT) et de 3 longueurs différentes (L) : 2, 4 et 6 cm. Deux techniques d'imprégnation ont été testées:

- Imprégnation axiale ou longitudinale (L) : Plans RL et TL Imperméabilisés par l'application d'une résine spéciale (voir IV.2.1.2)
- Imprégnation en RTL : Pas d'imperméabilisation

Pour les deux techniques, l'imprégnation par immersion simple sous l'eau de distribution et à température ambiante a durée 120h. Des prises de masse ont été effectuées toutes les 24 heures et l'humidité est calculée selon l'équation (1).

Les résultats donnés par la figure IV.16 montrent une grande différence entre les deux techniques qui se traduit par les résultats d'humidité finale des échantillons. Après 120 h d'immersion, la valeur du taux l'humidité des échantillons non imperméabilisés est sensiblement supérieure à la valeur d'humidité relevée si une seule direction est accessible à l'imprégnation. Il est possible d'observer sur la Figure IV.17 que le taux d'humidité des échantillons de 2 x 2 x 2 cm^3 atteint avec imperméabilisation 67% contre 130% sans imperméabilisation. Les échantillons de 2 x 2 x 4 cm^3 atteint avec imperméabilisation 58% contre 125 % d'humidité sans imperméabilisation.

Pour les échantillons 2 x 2 x 6 cm^3 (figure IV. 19) le résultat est encore plus marqué. Le taux d'humidité atteint avec imperméabilisation est de 41 % contre 120% sans imperméabilisation.

Cela signifie que l'imprégnation transversale est beaucoup plus importante que l'imprégnation longitudinale. Il est possible que le séchage préalable des échantillons a provoqué des microfissures ou des fentes radiales ou/et tangentielles au niveau des parois des cellules du bois. Il faut noter que à l'œil nu nous n'avons pas observé l'initiation des fentes ou une dégradation des surfaces de nos éprouvettes.

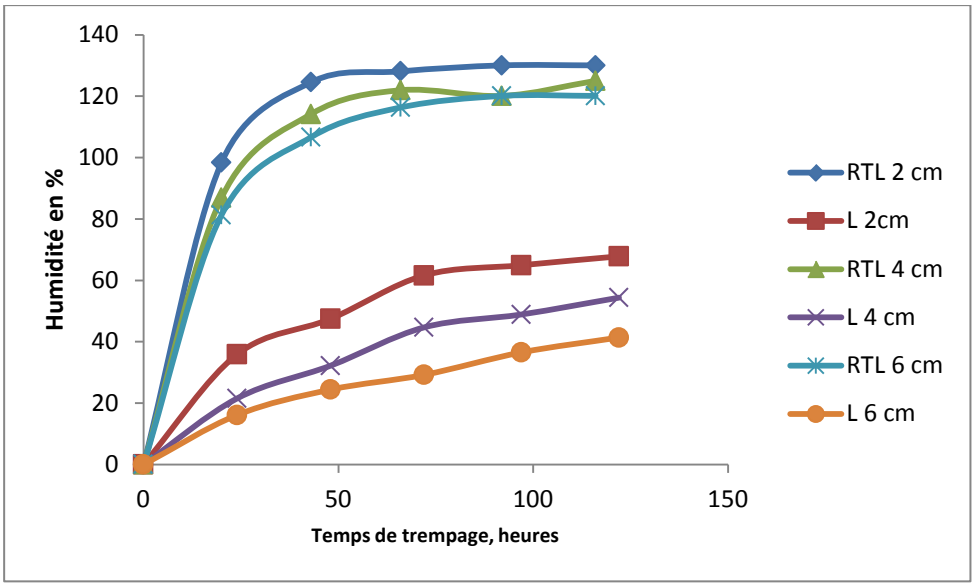


Figure IV 16 : *Evolution de l'humidité en fonction de la longueur de l'échantillon (séché) et de la direction d'imprégnation (duramen Douglas)*

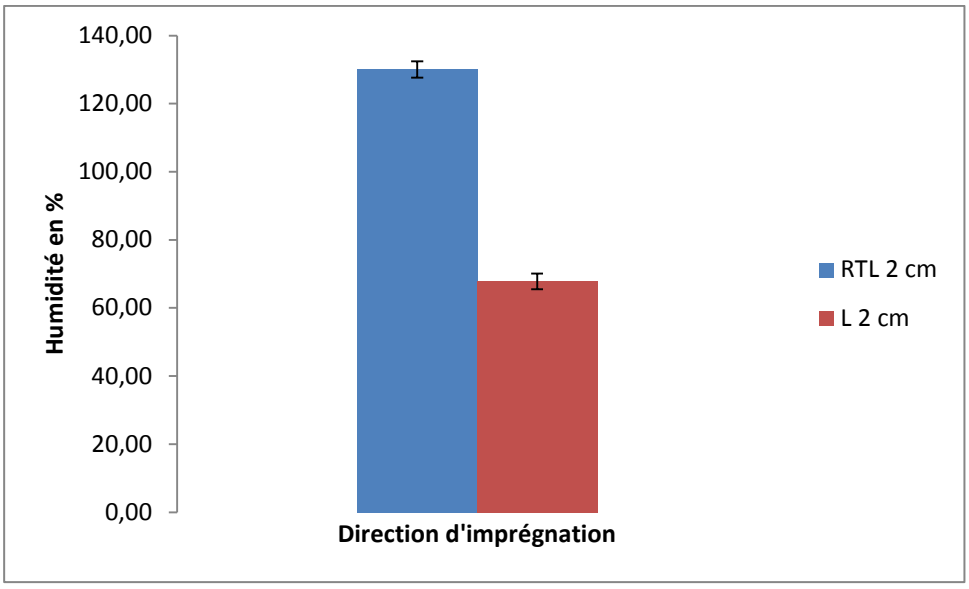


Figure IV 17 : *Humidité atteinte pour 120 heures d'immersion en fonction de la direction d'imprégnation (échantillons de 2 x 2 x 2 cm^3) (duramen Douglas)*

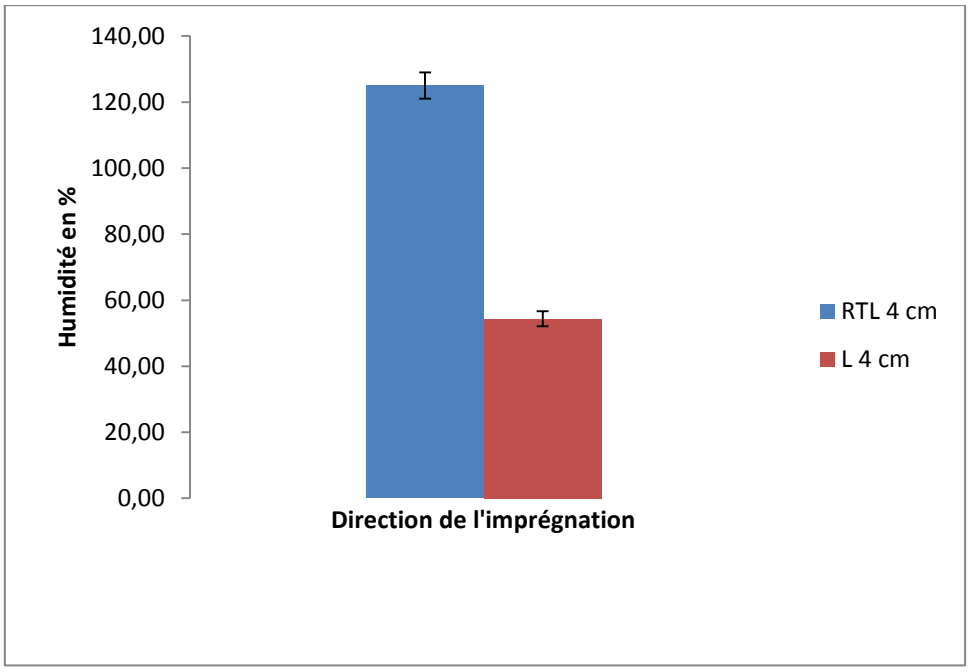


Figure IV 18*: Humidité atteinte pour 120 heures d'immersion en fonction de la direction d'imprégnation (échantillons de 2 x 2 x 4 cm^3) (duramen Douglas)*

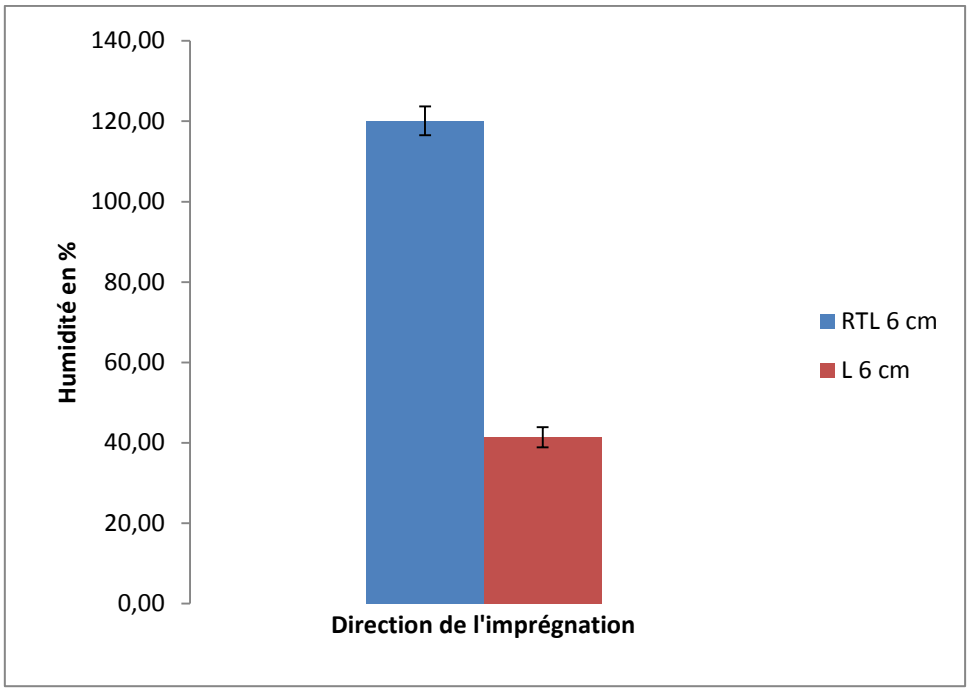


Figure IV 19: *Humidité atteinte pour 120 heures d'immersion en fonction de la direction d'imprégnation (échantillons de 2 x 2 x 6 cm^3) (duramen Douglas)*

En général, pour une pénétration homogène d'un produit donné dans le bois vert on procède par l'imprégnation axiale. C'est la technique d'imprégnation la plus intéressante. Plusieurs auteurs (Agoua 2001, Karimi, 1995,) ont montré que le flux est plus important dans la direction longitudinale que dans la direction radiale ou tangentielle ce qui n'est pas observé dans le cas de nos échantillons séchés préalablement. Nous pouvons avancer ainsi que la théorie qui favorise l'imprégnation longitudinale sur l'imprégnation transversale n'est valable que pour le bois vert. Pour le bois séché préalablement, l'inverse se produit et l'imprégnabilité transversale l'emporte sur l'imprégnabilité longitudinale ou axiale.

IV.5.1.2.2. Comparaison de l'imprégnabilité radiale et tangentielle

D'après la littérature (Agoua 2001, Karimi, 1995, Hansmann, 2002 ; Almeida *et al.*2007), la perméabilité transversale est plus forte radialement que tangentiellement. Les résultats que nous avons observés sur le duramen du Douglas vont dans le même sens que la littérature. Notre travail a été effectué sur des petits éprouvettes de 2 x 2 x 2 cm^3 en RTL à l'état vert et à un état séchés préalablement par un séchage thermique dans un séchoir ventilé à 103°C jusqu'à l'état anhydre. Les faces sont inhibées par l'application d'une couche de résine imperméable sauf pour les faces de la direction à étudier (radiales ou tangentielle). La figure IV.20. Confirme d'une part que l'imprégnation radiale chez le duramen de Douglas préalablement séché ou à l'état vert est plus importante que l'imprégnation tangentielle. Ce constat pourrait être expliqué par la présence de rayons ligneux (Wardrop et Davies, 1961, Coté 1963, Murmanis et Chudnoff, 1979) qui contribuent de manière importante au mouvement de l'eau dans la direction radiale. La formation de micros fentes radiales dues au séchage préalable est également possible.

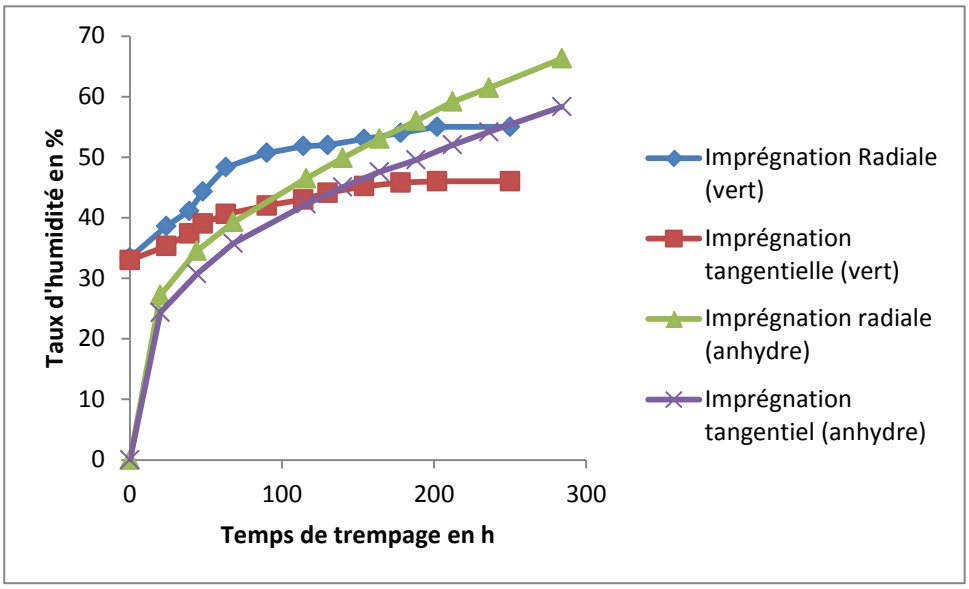


Figure IV 20 : *Cinétique d'imprégnation transversale*

Mais d'autre part nous remarquons que l'imprégnabilité transversale (radiale ou tangentielle) pour les échantillons préalablement séchés est sensiblement plus importante que l'imprégnabilité transversale à l'état vert. Cela confirme encore une fois l'influence du séchage thermique sur l'imprégnabilité du bois. Le séchage à sensiblement provoqué l'ouverture des voies supplémentaire pour la migration de l'eau dans la direction transversale (radiale ou tangentielle), soit par l'initiation des fentes dues à l'anisotropie du retrait dans le plan radial tangentiel, soit par l'ouverture des voies qui existais au départ mais fermées ou aspirés progressivement le long de la vie de l'arbre et après son abattage tel que les ponctuations aréolée.. Bamber, 1972 à constaté l'effet remarquable du séchage sur l'amélioration de la perméabilité du bois des espèces de pin. Il a observé l'effondrement (collapse) de la paroi mince non lignifiée des cellules de parenchyme de rayon pendant le séchage, créant des espaces interstitiels entre les parenchymes radiaux, axiaux et les trachéides. Ces espaces ont été considérés comme un chemin secondaire d'écoulement permettant la libre circulation. L'amélioration de l'imprégnabilité transversale par séchage du duramen de notre Douglas pourrait expliquer pleinement l'écart observé entre les deux techniques d'imprégnabilité longitudinale par imperméabilisation (L) et totale (RTL), (figure IV.19).

Les vitesses d'imprégnation sur les échantillons séchés préalablement ont été calculées aussi pour les directions radiales et tangentielles, les résultats sont reportés sur la figure IV.21. Les

vitesses d'imprégnation trouvées à 20 h de trempage sur des échantillons séchés préalablement montrent que la vitesse d'imprégnation radiale ($1.036 .10^{-8}$ $m.s^{-1}$) est sensiblement plus importante que la vitesse d'imprégnation tangentielle dont la valeur est de $0,92 .10^{-8}$ $m.s^{-1}$ (figure IV.24).

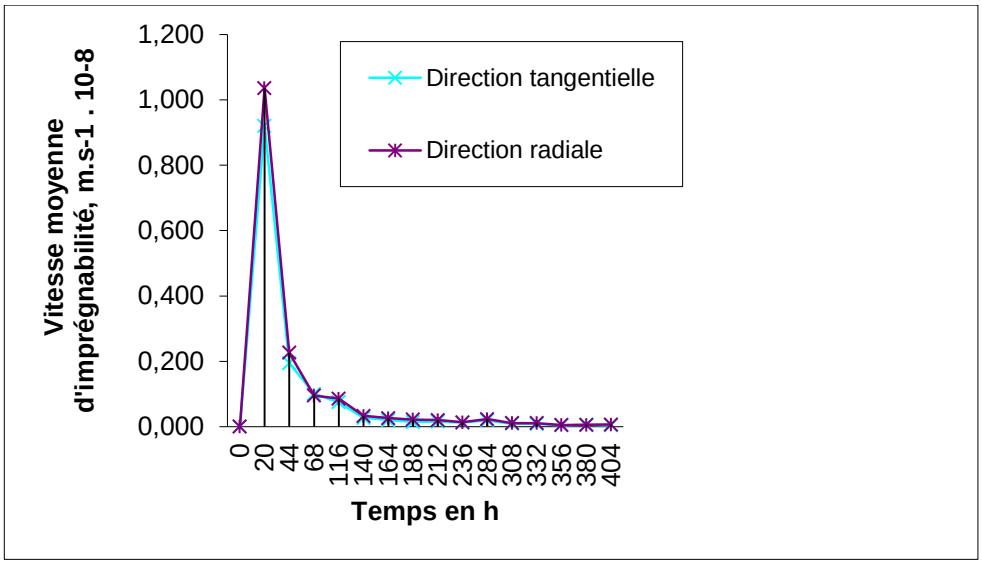


Figure IV 21 : *Vitesse d'imprégnation en fonction de la direction d'écoulement*

IV.5.2. Observation par Microscopie Confocale à Balayage Laser (CLSM)

Avant d'introduire les résultats de cette partie, il semble important de noter qu'après observation de plusieurs coupes, nous avons constaté que seules les coupes fixées par de l'huile d'immersion nous ont permis d'obtenir des images claires au CLSM. L'observation directe des coupes sans l'huile d'immersion, n'a pas abouti malgré tous les ajustements possibles. Ceci est dû probablement au manque d'auto-fluorescence ou à la présence des gouttes d'eau dans les coupes réalisées.

L'image requise suivant le plan Z nous a permis de définir la position du torus dans la ponctuation aréolée. Quatre cas de figures sont possibles quant à la position du torus des ponctuations aréolées :

- absence de torus (disparu) (figure IV.22) ;
- torus disposé au milieu de la chambre de ponctuation (ouverte) (figure IV.22) ;
- torus plaqué du coté des parois de l'une des deux trachéides adjacentes indiquant la position aspirée (fermée) (figures IV.22 et IV.23) ;
- Un dernier cas intermédiaire où le torus est semi-aspiré (pas totalement aspiré) de l'un des coté des parois (figure IV.24 et IV.25).

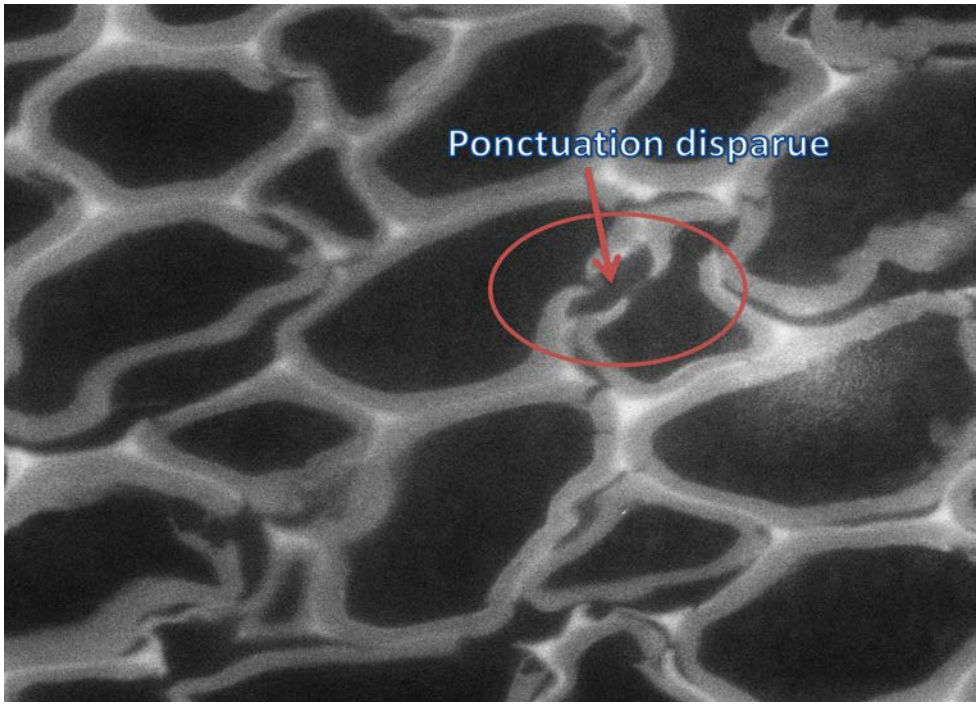


Figure IV 22: *Coupe transversale d'un bois de duramen sec de Douglas montrant une ponctuation aréolée sans torus*

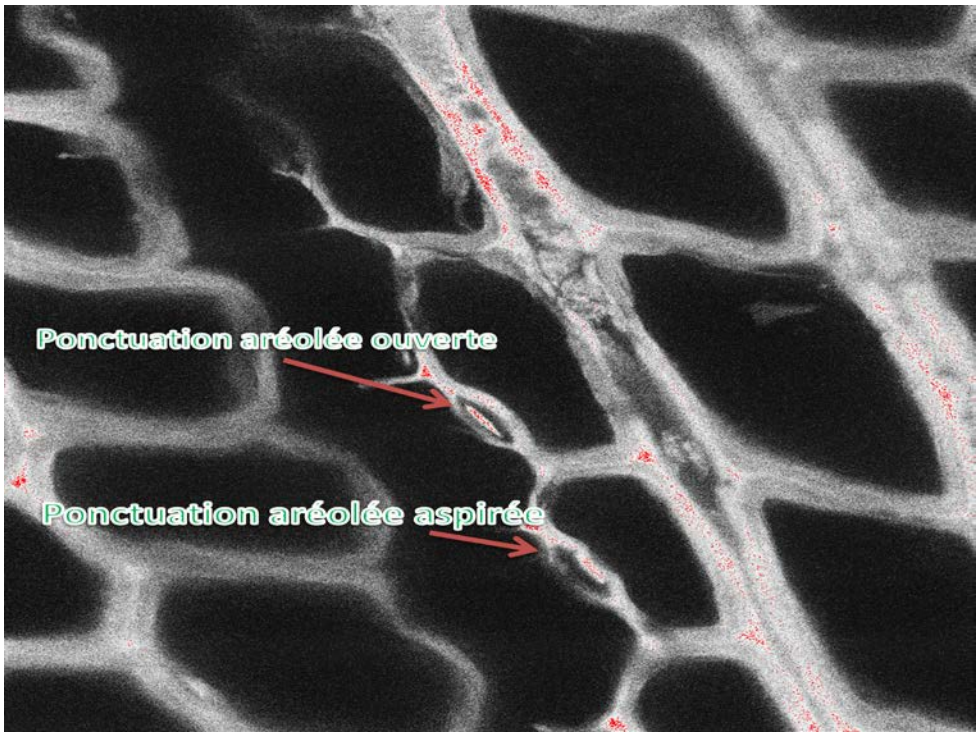


Figure IV 23 : *Coupe transversale d'un bois de duramen de Douglas montrant une ponctuation ouverte et une ponctuation fermée*

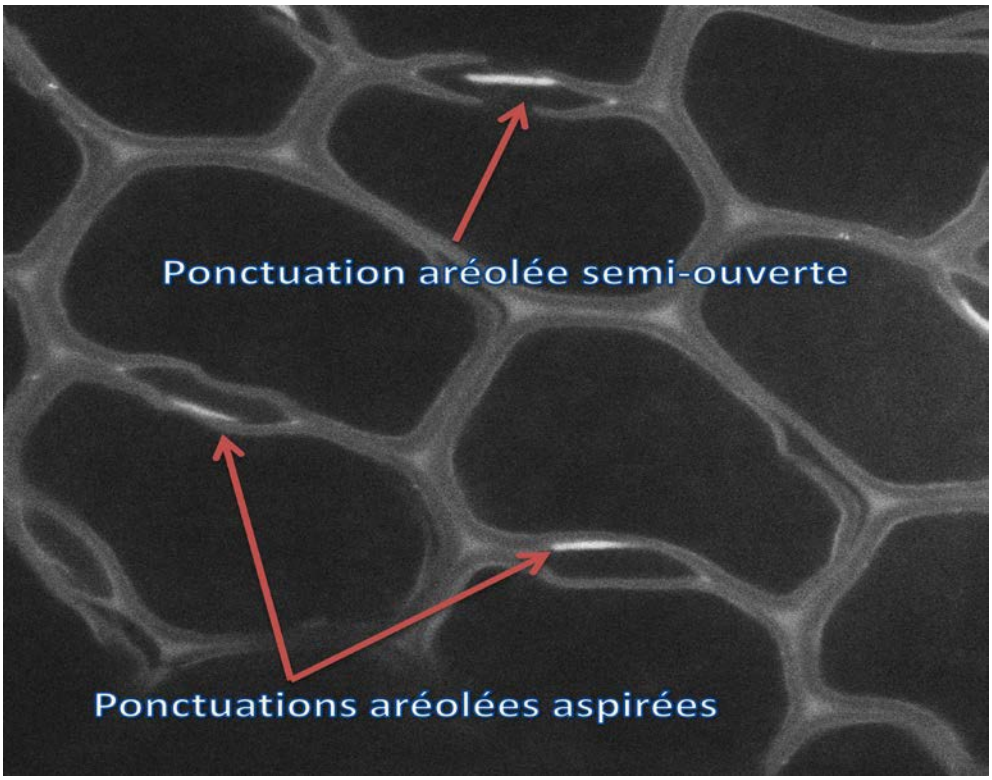


Figure IV 24 : *Coupe transversale d'un bois de duramen de Douglas montrant une ponctuation semi-ouverte et deux ponctuations fermées*

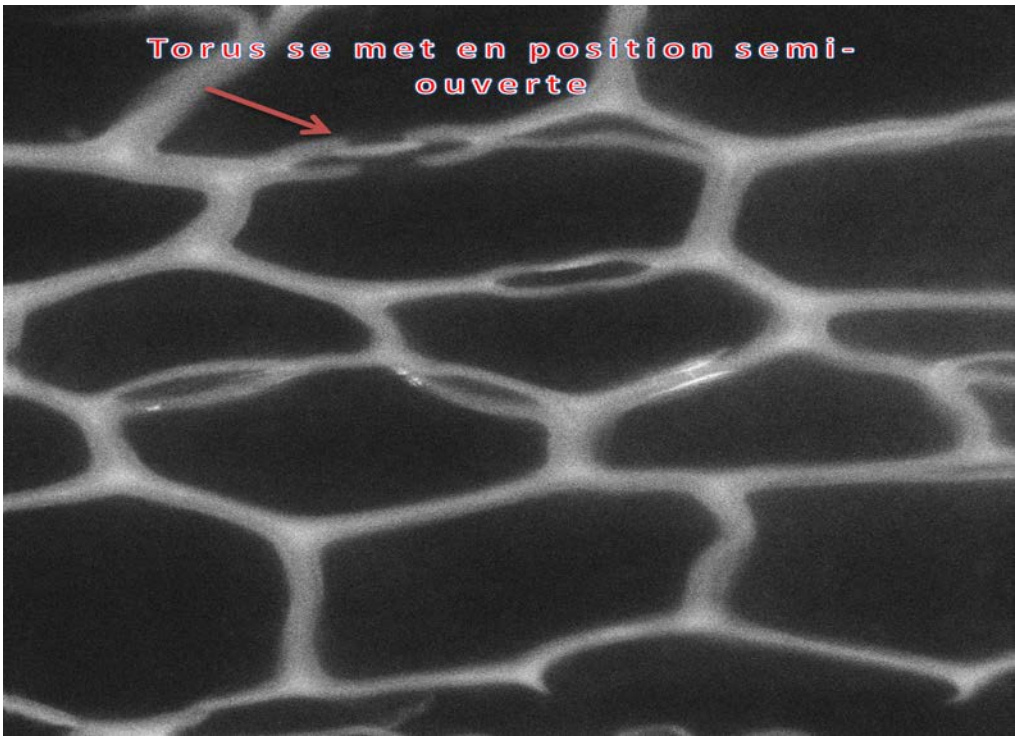
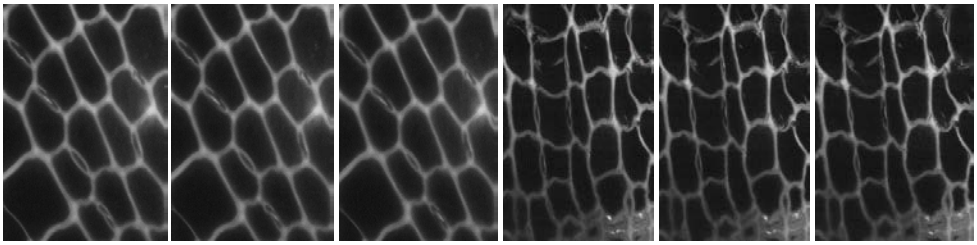
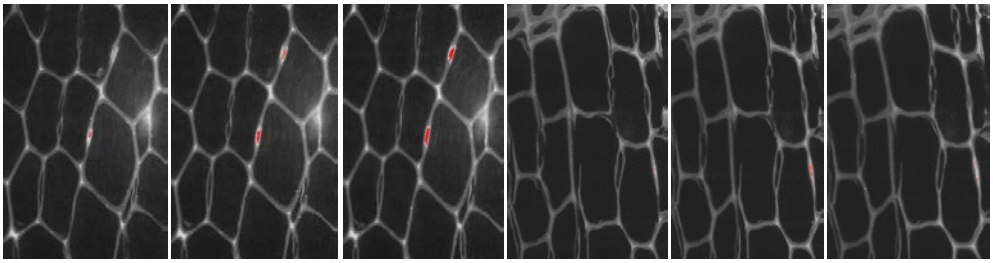


Figure IV 25 : *Coupe transversale d'un bois de duramen de Douglas montrant une ponctuation semi-ouverte*

Les figures IV.26 à IV.29 montrent des séries d'images que nous avons obtenues par CLSM sur des coupes transversales de l'aubier et du duramen de Douglas suivant l'axe Z (en descendant en profondeur dans la coupe).



Aubier Témoin vert Z, Z+1, Z+2 Duramen Témoin vert Z, Z+1, Z+



Aubier Séchage 103°c Z, Z+1, Z+2 Duramen Séchage 103°c Z, Z+1, Z+2

Figure IV 26 : *Images CLSM des coupes transversales de l'aubier et duramen de Douglas*.

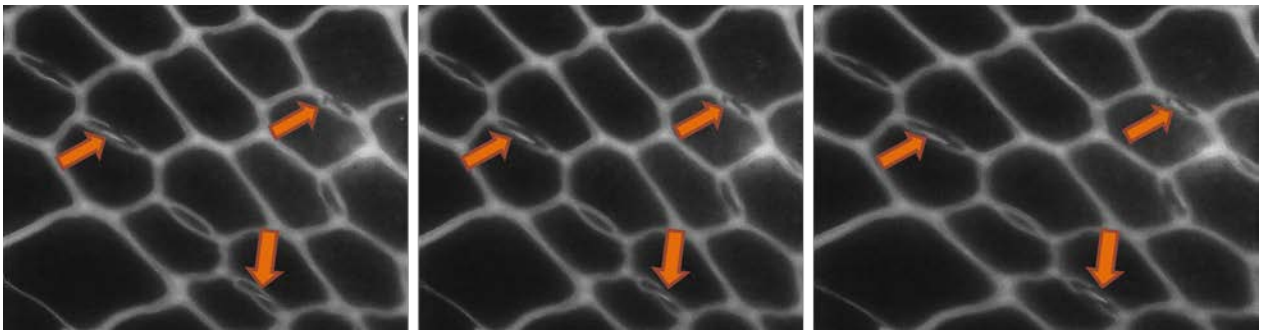


Figure IV 27: *Aubier témoin vert*

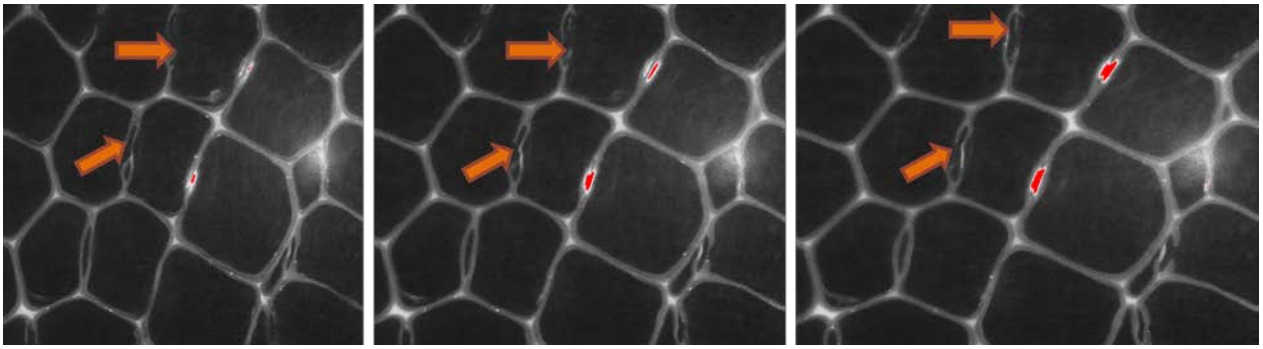
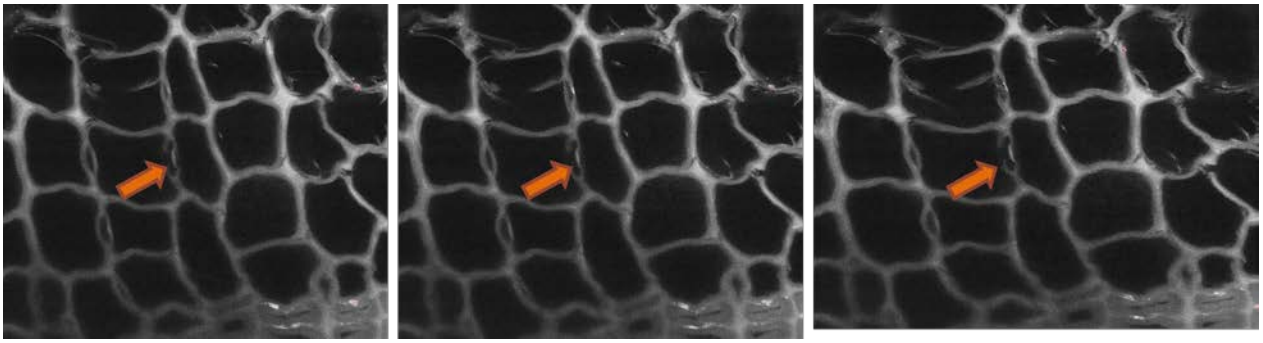


Figure IV 28: *Aubier séché à 103°C*

(a)



(b)

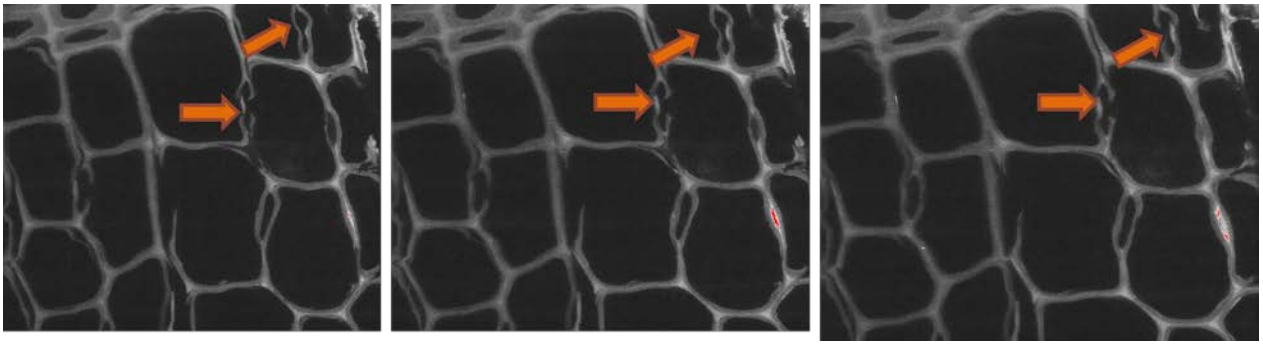


Figure IV 29: *(a) Duramen vert (b) Duramen séché à 103°C*

A partir de ces images, on constate que les ponctuations aréolées de l'aubier ont tendance à se refermer (torus plaqué contre les parois), suite au phénomène de l'aspiration qui continue à s'exercer sur les ponctuations depuis l'abattage. Il est important de préciser que les échantillons sont restés plus de 3 mois avant l'analyse au CLSM. Les ponctuations aréolées de duramen sont fermées à l'origine par le processus d'aspiration qui s'intensifie dans les arbres sur pied lors de la duraminisation (Côté, 1963; Matsumura *et al,* 1995). Le séchage (naturel ou dans une étuve) semble avoir un effet léger sur le positionnement de torus, qui a tendance à se mettre en diagonale dans la ponctuation semi-ouverte (figure IV.25). Le séchage à 103°C dans un séchoir ventilé marque bien l'état semi-ouvert des ponctuations avec des déformations structurelles des trachéides telles que le détachement de membrane des parois (figure IV.31) ou même la disparition du dôme de la ponctuation (figure IV.32).

Le séchage à 103°C, a provoqué des petites déformations (figure IV.30) fissures à la limites des torus et de la marge, mais aussi le long de la marge extérieure et sur le torus. Le passage de l'eau est forcement favorisé d'après l'étude de Watanabe *et al,* 1998, ce résultat est confirmé pour notre Douglas (figures IV.32 et IV.33).

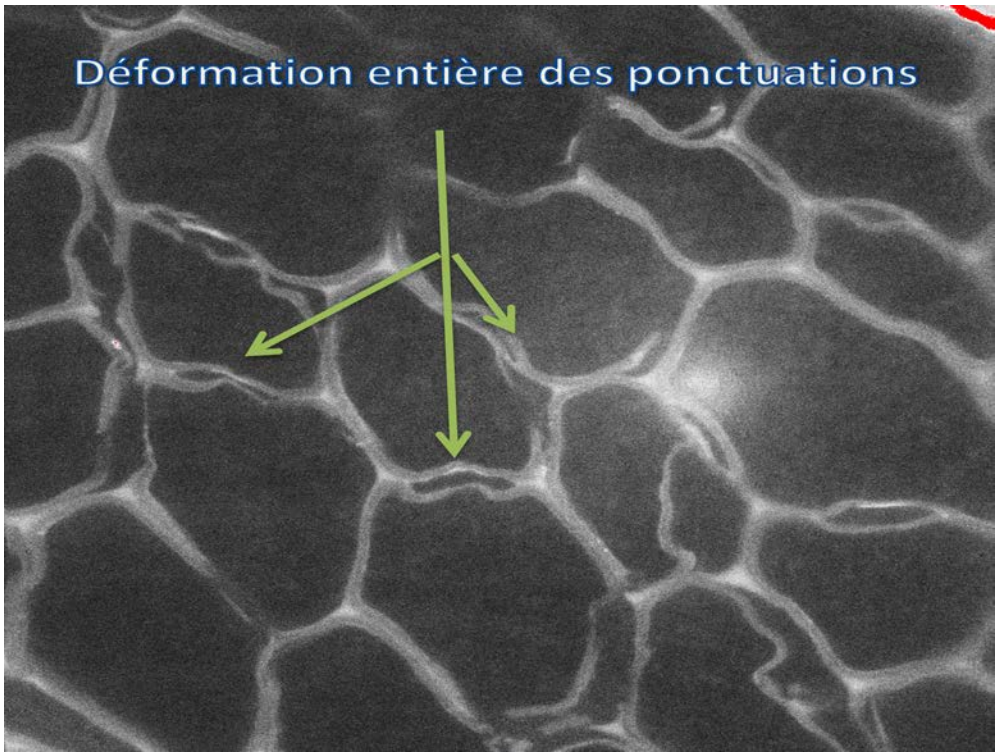


Figure IV 30: *Coupe transversale d'un bois de duramen de Douglas montrant une déformation entière des ponctuations et détachement de la paroi des trachéides après séchage*

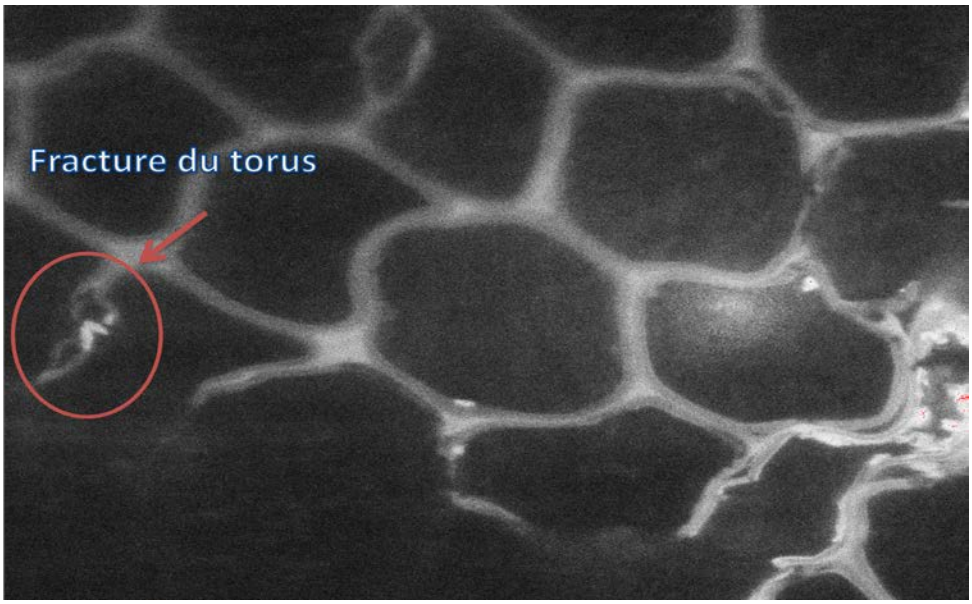


Figure IV 31: *Coupe transversale d'un bois de duramen de Douglas montrant une fracture du torus de la ponctuation*

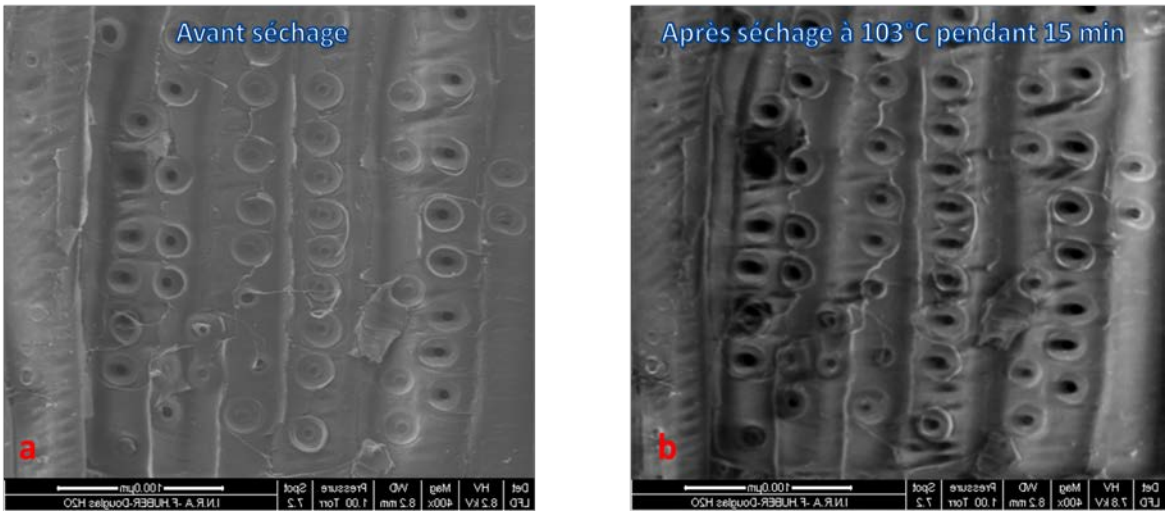


Figure IV 32: *Coupe radiale d'un bois de duramen de Douglas montrant la disparation du dôme des ponctuations après séchage thermique à 103°C pendant 15 min*

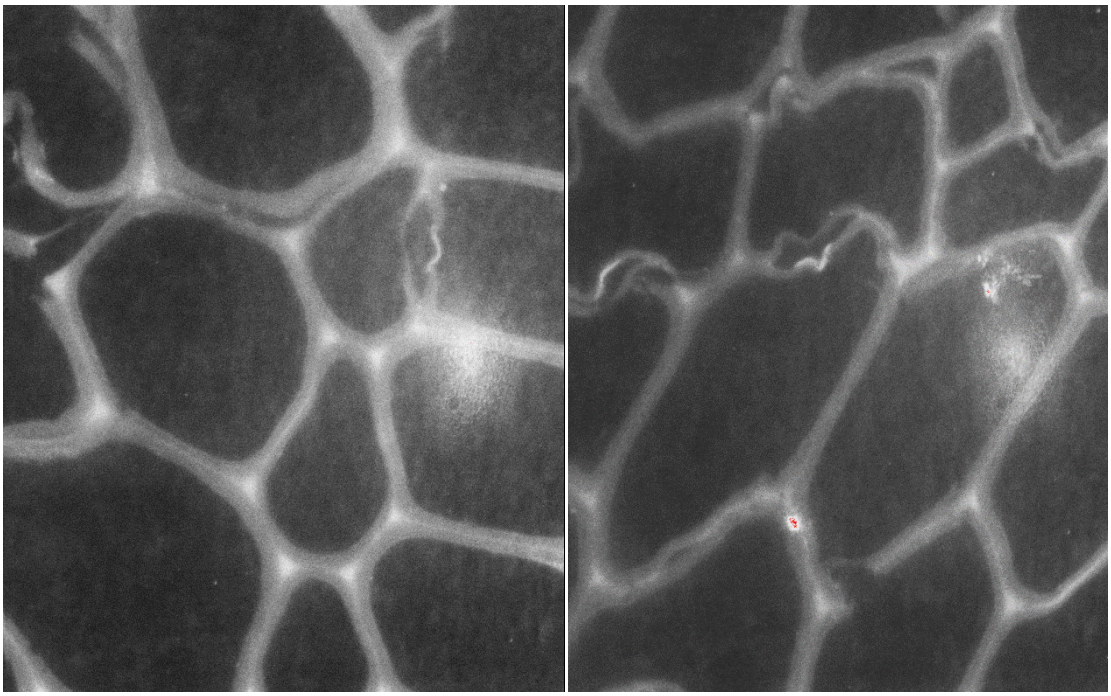


Figure IV 33: *Coupe transversale d'un bois de duramen de Douglas montrant une déformation du torus provoquant des fissures au niveau de la paroi*

A partir des observations effectuées sur les deux plans, radial - longitudinal et radial - transversal de l'aubier et du duramen du Douglas à l'état humide et l'état sec nous pouvons confirmer que le séchage thermique provoque l'ouverture d'un certain nombre de ponctuation (1/3 des ponctuations fermées). L'amélioration de l'imprégnabilité suite au séchage est due non seulement à l'ouverture des ponctuations, mais aussi à la rupture des membranes cellulaires.

IV.5.3. Analyse par thermo-désorption, chromatographie gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (TD - GC - MS)

Rappelons que cette analyse, réalisée par un couplage de désorbeur thermique et une chromatographie gazeuse couplée à la spectrométrie de masse à été effectuée sur de la sciure fraiche (humide) d'aubier et de duramen de Douglas. L'objectif est de simuler un séchage à 103°C et de tenter d'identifier les composants chimiques éliminés lors de cette étape. Les spectres obtenus pour les deux types de tissus sont présentés sur la figure IV. 37.

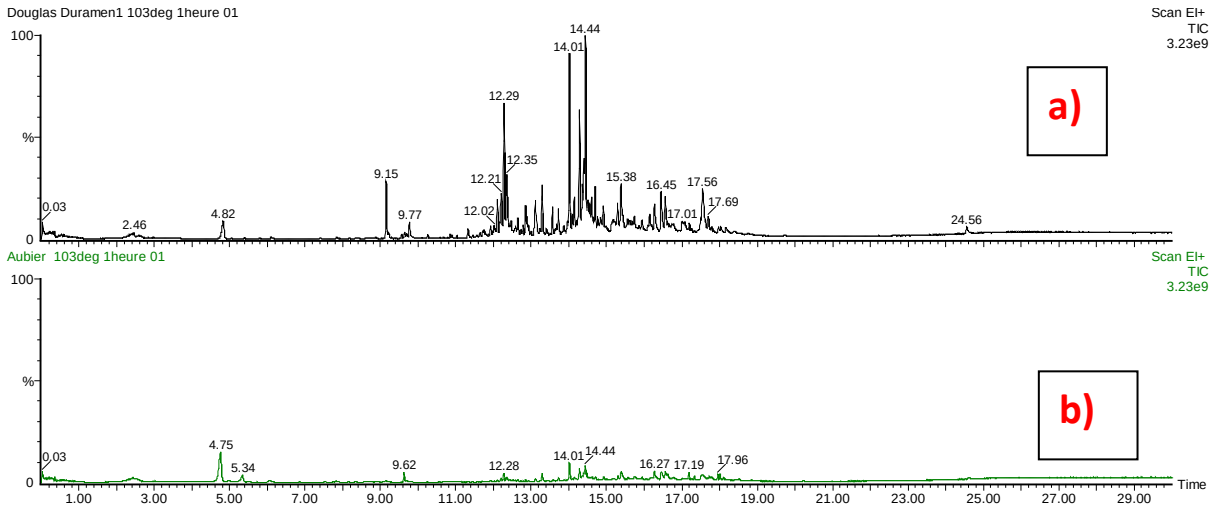


Figure IV 34: *Spectre GC-MS d'extraits au dichlorométhane: (a) duramen, (b) aubier.*

A partir la figure IV.34, nous constatons que les chromatogrammes obtenus à partir d'une même masse de sciure présentent des profils très différents. L'aubier apparaît beaucoup plus pauvre en composés volatiles. L'analyse des pics détectés pour le duramen indique la présence de quelques monoterpènes comme des pinènes mais principalement de sesquiterpènes. Les sesquiterpènes sont sous leur forme native, ou bien, plus ou moins oxydée. On note la présence sur les squelettes carbonés de fonctions hydroxyle ou cétone.

Là encore, il apparaît difficile d'explique la différence d'imprégnabilité par la présence de ce type de molécules.

IV.6. Conclusion du chapitre IV

Le séchage offre des nouvelles solutions d'amélioration de l'imprégnabilité de bois sec notamment pour le duramen de Douglas. Cette étude nous a permis d'obtenir des informations pertinentes sur l'effet du séchage sur les cinétiques d'imprégnabilité. L'étude a été menée sur des échantillons de différentes humidités résiduelles afin de mettre en évidence l'influence d'une étape de séchage préalable. L'étude a démontré que le séchage favorise l'imprégnabilité transversale, plus particulièrement dans la direction radiale. L'imprégnation est beaucoup plus importante dans la direction longitudinale que transversale (radiale ou tangentielle), mais cette dernière n'est pas du tous négligeable et participe significativement dans l'imprégnabilité du bois sec. La vitesse moyenne maximale d'imprégnation dans la direction radiale et 7 fois seulement moins importantes que la vitesse moyenne d'imprégnation axiale.

Même remarque pour La vitesse moyenne maximale d'imprégnation dans la direction tangentielle qui est 8 fois seulement moins importante. La littérature parle souvent de la perméabilité. Pour le Sapin, par exemple, la perméabilité longitudinale est deux fois supérieure à la perméabilité radiale et trois fois supérieure à la perméabilité tangentielle (Hansmann, 2002) alors que Agoua (2001) a trouvé que la perméabilité longitudinale est très grande par rapport à la perméabilité transversale et le rapport d'anisotropie varie de 100 à 300 000. Le même auteur a observé une légère différence de perméabilité entre la perméabilité radiale et la perméabilité tangentielle.

L'observation par microscopie confocale à balayage laser CLSM, a montrée que le processus de séchage à 103°C, génère des micro-fissures dans les parois cellulaires des ponctuations (torus). Le CLSM révèle le positionnement en semi-ouvert des torus dans les ponctuations. Cette position semi-ouverte des torus, ainsi que l'apparition de fissures générées par le séchage favorisent le passage de l'eau à travers les ponctuations aréolées du duramen.

Les analyses chimiques et moléculaires n'ont pas données une réponse claire quand à l'amélioration ou non de l'imprégnabilité mais reste une voie intéressante à exploiter afin de mettre en évidence le rôle des extraits intrinsèques du bois dans la modification du bilan énergétique de la surface, surtout lors de la duraminisation.

Chapitre V

Chapitre V : Transposition des traitements à l'échelle industrielle

V.1. Introduction

L'objectif de ce chapitre est de transposer l'étude menée à l'échelle de laboratoire (échantillons de taille 2 x 2 cm^2 en RT et une longueur de 2, 4 et 6 cm) sur des échantillons de taille industrielle : des billons de 50 cm de longueur. Après une étape de séchage (naturel ou thermique) des billons, les vitesses d'imprégnation ont été mesurées. Par la suite, des billons séchés et des billons témoins (bois vert) ont subi un traitement hygrothermique (bouillotage à 60°C pendant 24 h) avant le déroulage. Les efforts de coupe ont été mesurés et les placages obtenus, ont été appréciés visuellement.

La cinétique d'imprégnation des billons séchés et des billons témoins avec de l'eau de distribution renouvelée chaque semaine sera présentée. L'efficacité du marinage sera également étudiée. Le marinage consiste à stocker les billons verts dans l'eau stagnante (non renouvelée pendant tout le cycle d'imprégnation dont la durée est de quatre mois). Le marinage pourrait provoquer l'installation des champignons ou/et des bactéries mangeuses de torus, et améliorer l'imprégnabilité du bois. Le dégagement de composés chimiques par le bois pendant la phase de marinage pourrait avoir un effet contraire. Les mesures en laboratoire de la teneur en eau des billons ont été réalisées par deux méthodes :

- une méthode classique par pesée ;
- une méthode novatrice faisant intervenir la tomographie scanner à rayons X.

Les résultats obtenus par scanner concernent les variations radiales et verticales de la teneur en eau dans les billons et seront décrits dans les paragraphes suivants sur la base d'analyses graphiques.

V.2. Matériels et méthodes

V.2.1. Préparation des échantillons

Les 22 billons destinés à cette mesure ont été prélevés à partir du tronc de l'arbre (figure V.1) et transportés au laboratoire. L'échantillonnage a été décrit précédemment dans le paragraphe III.2.1. Les 22 billons ont été purgés de leur aubier par un déroulage à l'état vert, il ne

demeure que le duramen (figure V.2). Tous les billons ont été ramenés à un diamètre fixe de 20 cm. Chaque billon est muni d'un numéro et du nom du traitement qu'il subira avant son déroulage définitif.

Figure V 1: *Tronc de l'arbre de Douglas utilisé pour l'étude.*

Figure V 2 : *(1) Billon de 50 cm de longueur avant déroulage. (2) Déroulage jusqu'à 20 cm de diamètre de tous les billons. (3) Billons après déroulage purgé de l'aubier.*

Suivant le type de traitement préalable, les expériences se divisent en 3 groupes d'essais et 2 témoins. 5 répétitions sont effectuées pour chaque type d'expérience, 20 billons au total ont été nécessaires (tableau V.1).

Tableau V 1 : Tableau récapitulatif des différents traitements effectués sur les billons

Opérations effectuées	**Tv**	**T**	**SN**	**ST**	**M**
Nombre d'échantillons	2	5	5	5	**5**
Purge de l'aubier	Oui	Oui	Oui	Oui	**Oui**
Séchage	Non	Non	Oui	Oui	**Non**
Imprégnation	Non	Oui	Oui	Oui	**Oui**
Immersion, eau renouvelée	Non	Oui	Oui	Oui	**Non**
Immersion, eau stagnante	Non	Non	Non	Non	**Oui**
Bouillotage	Oui	Oui	Oui	Oui	Oui
Déroulage	Oui	Oui	Oui	Oui	**Oui**
Profil d'humidité par double pesée	Non	Oui	Oui	Oui	**Oui**
Profil d'humidité par scanner à RX	**Non**	**Oui**	**Oui**	**Oui**	**Oui**

Tv : Témoin non imprégné, T : Témoin imprégné, SN : Séchage Naturel, ST : Séchage thermique, M : Marinage 4 mois, RX : Rayons X.

Un billon par groupe d'essais est scanné avant et après imprégnation à l'aide d'un Scanner tomographique à rayons X installé à l'INRA -LERFOB, Champenoux (Nancy).

V.2.2. Méthodes

V.2.2.1. Expériences de reprise d'eau

La méthode d'évaluation de l'efficacité de l'imprégnation a été précédemment décrite et utilisée dans le chapitre IV. Elle consiste à mesurer la quantité d'eau absorbée par le bois en fonction du temps. Tous les billons ont 50 cm de longueur et sont purgés de leur aubier jusqu'à un diamètre de 20 cm. Pour chaque billon, des calculs d'humidité et des vitesses d'imprégnation ont été effectués.

Deux modes d'immersion sont retenus pour la suite des travaux : une immersion dans l'eau renouvelée et l'autre dans l'eau stagnante. Leurs influences sur la cinétique d'imprégnation des billons seront étudiées.

L'étude est répartie dans 4 groupes d'essais dont 3 relatifs au traitement préalable et 1 témoin.

- Expérience « Témoin » **:**

5 billons frais, sans aucun prétraitement, sont immergés dans l'eau froide de distribution (température ambiante comprise entre 9 et 13°C) à pression atmosphérique. L'eau est renouvelée chaque semaine (figure V.3 photo 3).

- Expérience avec un marinage de 4 mois

Des billons frais, sans aucun prétraitement, sont immergés dans l'eau à pression atmosphérique. Contrairement à l'expérience précédente, l'eau ne sera pas renouvelée durant toute la période de l'imprégnation (figure V.3 photo 3).

Figure V 3: *(1) et (2) Séchage thermique dans un séchoir ventilé (3) Immersion des billons dans des bacs d'eau*

- Expérience après un séchage naturel :

Des billons frais sont déposés dans un endroit aéré pendant 3 semaines puis immergés dans l'eau à température ambiante sous pression atmosphérique. L'eau est renouvelée systématiquement une fois par semaine.

- Expérience après un séchage thermique :

Des billons frais ont été transmis dans un séchoir ventilé à 70°C au départ (pendant 5 jours) puis à 103°C jusqu'à stabilisation de leur masse (3 semaines), puis immergés dans l'eau à

température ambiante sous pression atmosphérique. L'eau est renouvelée une fois par semaine (figure V.3 photo 1).

Pour tous les billons une prise de masse est prélevée toutes les 24 heures grâce à une balance de marque OHAUS. C'est une balance avec capteur à jauges de déformation, a une capacité de mesure de 250 kg et avec une précision de 10 g (figure V.4).

Figure V 4 : *Balance OHAUS de 250 kg de portée maximale et de 10 g de précision*

V.2.2.2. Méthodes d'analyse de la reprise d'eau

A la fin des essais de reprise d'eau menés de la mi-février à la mi-juin, nous avons procédé à un déroulage semi - industriel et qualificatif de 4 billons parmi les 5 billons de chaque famille d'essais.

Sur le cinquième billon, des profils d'humidité ont été établis avec deux méthodes différentes :

- Une cartographie de distribution de l'humidité a été obtenue à l'aide de l'imagerie X (Scanner tomographique à rayon X) après deux scans systématiques avant et après imprégnation. L'imagerie X donne une idée sur la répartition radiale de l'eau absorbée.
- Des profils de distribution de l'humidité dans les mêmes billons utilisés pour l'imagerie X ont été aussi réalisés par la méthode de la double pesée. A partir de chaque billon utilisé pour le scanner tomographique, 3 rondelles de 2 cm d'épaisseur ont été découpées : deux rondelles sont prélevées en périphérie et une au milieu du billon (figure V.5).

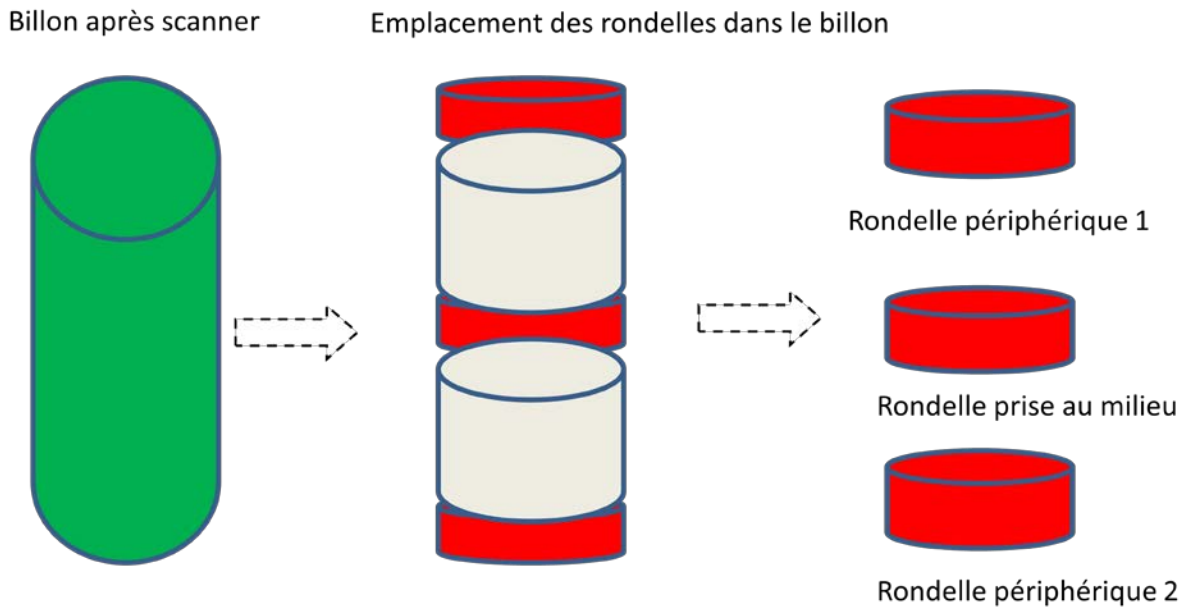


Figure V 5 : *Prélèvement des rondelles à partir du billon après passage au scanner RX*

Après le scan des billons, toutes les rondelles ont été immédiatement découpées en petits cubes de 4 cm de côté numérotés suivant leurs positions dans la rondelle.

V.3. Profil d'humidité à la fin du cycle d'imprégnation

Il est généralement admis que la forte teneur en eau facilite la coupe du bois par déroulage. La première transformation par déroulage et par tranchage se pratique toujours sur des bois verts. Plusieurs auteurs signalent que l'augmentation de l'humidité du bois favorise sa déformabilité (Takano et Kinoshita 1992, Kivimaak 1950, Palka 1973, Gerhards 1982, Fleischer 1959). Pour cette raison la coupe en déroulage nécessitant une déformation locale très importante du placage se fait toujours sur des bois verts. Cela a pour effet de réduire les efforts de coupe, d'améliorer la durée de vie de l'outil ainsi que la qualité du placage.

L'intérêt d'évaluer la teneur en eau des billons à dérouler après les différents types d'essais de reprise d'eau est évident. L'évaluation du taux d'humidité est indispensable pour vérifier l'influence du séchage (thermique, ST et naturel, SN) et du stockage dans l'eau renouvelée (T) ou stagnée (M) sur l'état hygrométrique des billons. La répartition de l'eau dans les bois ronds permet de mieux comprendre la relation entre l'humidité et la qualité de placage tant au stade de la transformation, que lors du séchage et la mise en œuvre.

V.3.1. Profil d'humidité sur rondelle

L'échantillonnage pour la détermination des profils de l'humidité dans le billon par la méthode de la double pesée est détaillé dans le paragraphe V.2.2.2. Les petits cubes de 4 cm sont représentatifs des différentes positions dans la rondelle.

Pour évaluer l'humidité, nous avons utilisé le même protocole détaillé dans le paragraphe III.2.3.

V.3.2. Profil d'humidité sur billon par tomographie à rayons X

L'objectif principal de cette mesure est d'estimer de façon non destructive la teneur en eau d'un échantillon de Douglas et caractériser sa répartition spatiale le long d'un billon de taille industrielle (billons de 50 cm de longueur et de 20 cm de diamètre). Pour cela nous proposons d'élaborer une cartographie de la teneur en eau d'un échantillon en utilisant la technique tomographique à rayon X avant et après le cycle d'impétration. Une telle cartographie permettrait de suivre la répartition de l'eau absorbée le long des échantillons traités. Pour ce travail, nous avons utilisé un scanner médical de LERFOB – INRA Nancy de type GE Bright Speed Excel (Figure V. 8). L'appareil est constitué d'une source de rayons X en rotation autour de l'objet d'étude posé sur une table en mouvement et d'une barrette de récepteurs qui permettent de mesurer l'atténuation des rayons X après leur passage à travers l'objet (Figure V.6).

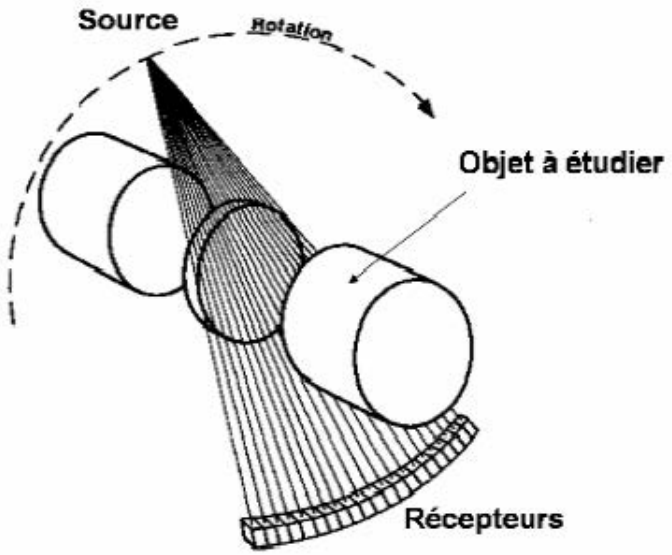


Figure V 6: *Schéma de fonctionnement du scanner* (Lindgren, 1991).

D’un point de vue physique, lorsqu’un échantillon est soumis à un faisceau de rayons X, on observe généralement qu’une partie du faisceau est absorbée tandis qu’une autre partie du faisceau est transmise vers le détecteur. L’atténuation des rayons X est essentiellement due à deux phénomènes :

- Une absorption des rayons X par l’eau contenue dans l’échantillon
- Une absorption des rayons X par la matière ligneuse de l’échantillon.

V.3.2.1. Description du matériel

V.3.2.1.1. Généralités

Le premier scanner à rayon X a été inventé par Godefrey HOUNSFIELD en 1972. Les premières images médicales ont été réalisées sur le cerveau, puis se sont étendues à tout le corps. Le scanner permet de reconstituer une image 3D de l'échantillon soumis à un balayage à rayons X en analysant l'atténuation des rayons X suite à la traversée de l'échantillon.

Les rayons X sont une forme de rayonnement électromagnétique à haute fréquence dont la longueur d'onde est comprise entre 5 picomètres et 10 nanomètres. Ils ont été découverts en 1895 par le physicien Allemand Wilhelm Röntgen. Les rayons X peuvent être produits de plusieurs façons.

Les éléments constituant le scanner sont:

- Un système de mesure contenant :
  - Un tube émetteur de rayons X, permettant de diriger les rayons X selon un «axe de détection»,
  - Un ensemble d'acquisition de mesures dont les détecteurs recueillent les rayons X résiduels après la traversée de l'échantillon,
- Un système de reconstruction de l'image : les signaux électriques sont convertis en nombres binaires, eux-mêmes transformés en différents niveaux de gris traduisant le degré d'atténuation des rayons X,
- Une console de visualisation de l'image.

Dans notre cas le scanner utilise l'accélération des électrons : les électrons sont extraits d'une cathode et accélérés en direction d'une anode par une tension électrique dans un tube sous vide. Le ralentissement des électrons sur les atomes de l'anode provoque un rayonnement.

A partir des projections de rayons X dans les différentes directions autour de l'objet, le logiciel du scanner permet de reconstruire des images de coupes transversales de l'objet. Ce sont les images initiales de la figure V.7. Les images sont de taille 512 × 512 pixels et en différents niveaux de gris. Les niveaux de gris, appelés unités Hounsfield (H), peuvent être convertis en masse volumique ρ par une procédure de calibration développée au LERFoB à partir de petits cubes de bois de plusieurs essences scannés à l'état sec à l'air (Freyburger *et al*., 2009). En fonction du diamètre de l'échantillon et de son état d'humidité, la puissance du faisceau était réglée par un choix de la tension accélératrice de 80 ou 120 kVp.

Les équations de calibration utilisées dans cette étude dépendaient du réglage de la tension accélératrice du scanner (Eq. 13 et 14 pour 80 et 120 kVp, respectivement). L'hypothèse faite est que ces équations sont valables quel que soit le taux d'humidité du bois pour un réglage du scanner donné.

$$\rho\ (kg.m^3) = 1.055 \times H_{80} + 1069 \qquad (13)$$

$$\rho\ (kg.m^3) = 1.049 \times H_{120} + 1057 \qquad (14)$$

où H_{80} et H_{120} sont les unités Hounsfield obtenues avec une tension accélératrice de 80 et 120 kVp, respectivement.

Les billons de l'étude ont été scannés à deux niveaux d'humidité : avant imprégnation et après imprégnation.

Avant imprégnation, nous avons quatre billons à l'état suivant :

- Deux billons verts (T et M à 35 % d'humidité) ;
- Un billon séché naturellement (SN à 18 % d'humidité),
- Un billon séché thermiquement jusqu'à l'état anhydre (ST à 0 % d'humidité).

Lors du séchage des billons ST et SN, des déformations liées aux retraits dans le bois sont observées dans les directions radiale et tangentielle ; ce phénomène a également été rapporté par Nepveu (1994a). Ces déformations se traduisent sur les billons par l'ouverture des fentes (Figure V.7).

Le scanner permet de cartographier directement les masses volumiques du bois des billons aux différents états d'humidité. Afin de s'affranchir du bruit présent dans les images, on a

choisi de travailler avec des masses volumiques moyennes calculées dans des secteurs de l'image à partir des valeurs de niveaux de gris converties.

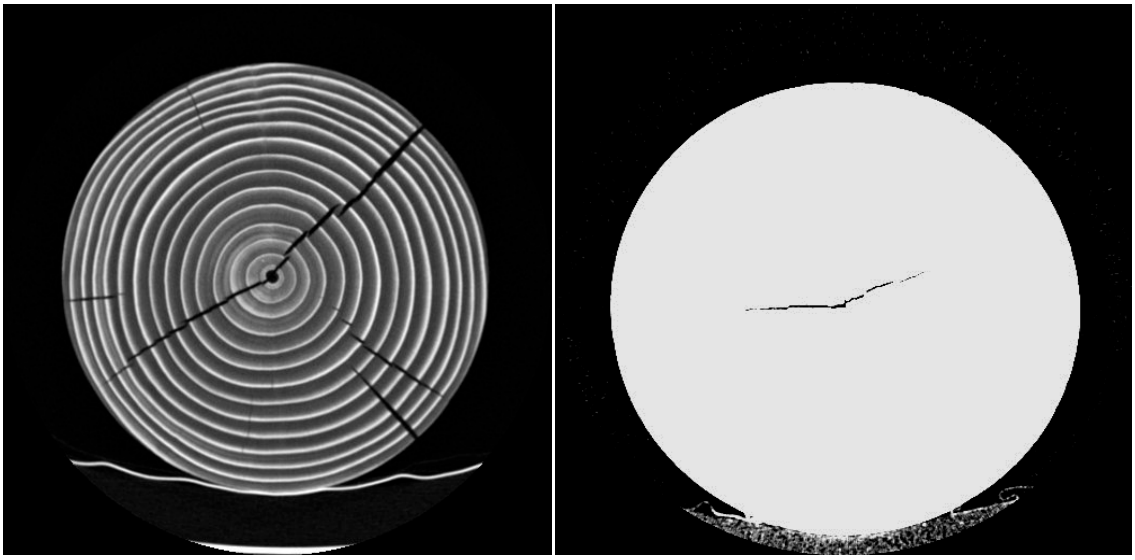
Pour le traitement d'image, deux types de sectorisation ont été testés. A titre d'exemple, la Figure. V.7 illustre la sectorisation d'un billon séché thermiquement :

- Découpage en 36 rayons ou secteurs de 10° × 10 anneaux de largeur identique x 50[4] ,
- Découpage en 8 rayons × 20 "pseudo-cernes"x 50.

Les résultats des découpes sont donnés sur des moyennes de coupes pour chaque cm (longueur des billons est de 50 cm).

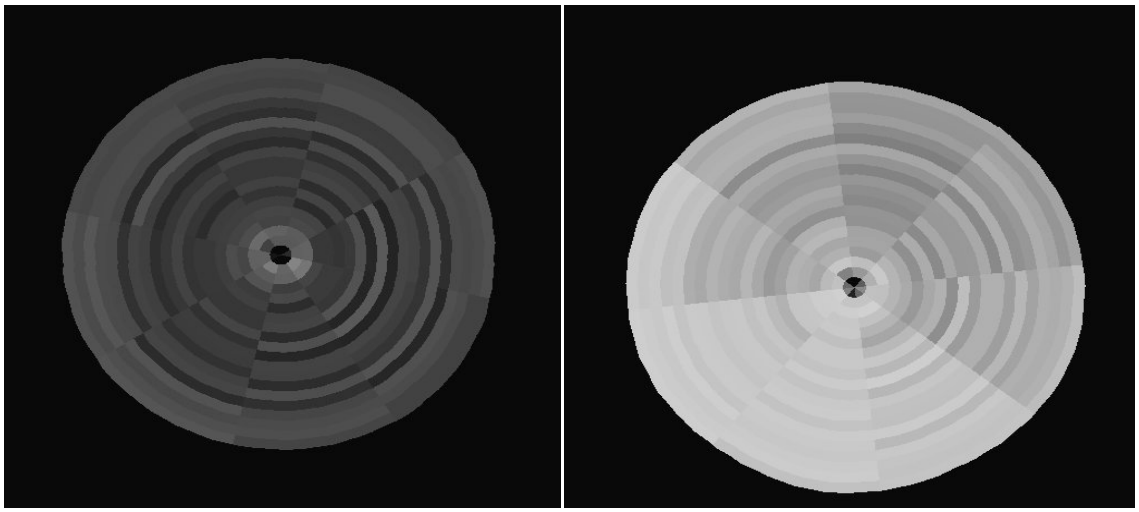
Les profils d'humidité absorbée (l'eau absorbée au cours de l'imprégnation et non pas l'humidité totale, sauf pour le billon séché thermiquement jusqu'à l'état anhydre) ont été obtenus à partir des cartographies de densité du bois des billons scannés avant et après imprégnation, puis par sectorisation des images. Pour analyser les variations radiales de densité, nous avons calculé la moyenne de 36 secteurs (et 8 secteurs) de chaque anneau, pondérée par leur surface.

Etat anhydre | Etat saturé

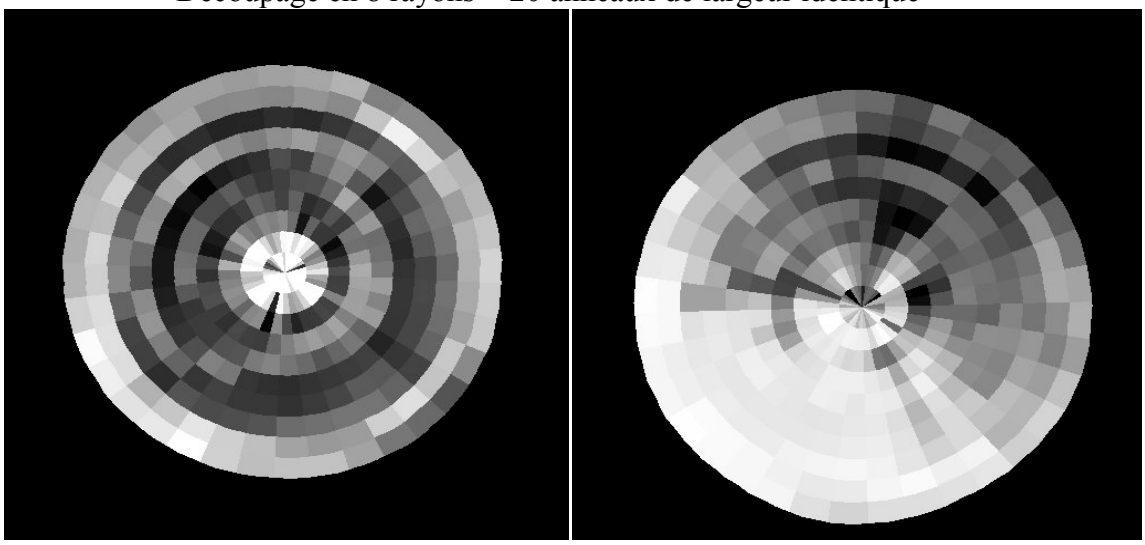


Images initiales

[4] Correspond à la longueur du billon en cm



Découpage en 8 rayons × 20 anneaux de largeur identique



Découpage en 36 rayons × 10 "pseudo-cernes" de largeur moyenne égale à 2 cm

Figure V 7: *Les deux types de sectorisation mis en œuvre à partir des images tomographiques initiales du Douglas séché thermiquement (ST).*

V.3.2.1.2. Caractéristiques techniques du scanner à rayons X

Le scanner de la plateforme Xylosciences est un scanner à rayons X General Electric Brightspeed Exel (4 coupes). Le statif est « l'anneau » constituant la partie mécanique du scanner associé à la table motorisée. Il pèse 1525 kg dont plusieurs centaines de kilogrammes en rotation à 2 tours par seconde (s^{-1}) lors des mesures. La table motorisée pèse 335 kg. Les scans réalisés ont un diamètre allant de 9,6 cm à 50 cm et la longueur maximale est d'environ 1,5 m. La table accueillant les échantillons supporte un poids de 205 kg en motorisation. Cependant, entre 180 et 205 kg, la précision des mesures se trouve réduite à ±1 mm, contre 0,25 mm pour un poids inférieur à 180 kg.

- Acquisition, modes opératoires :

Avant chaque acquisition proprement dite, il est nécessaire de réaliser un «scout» ou une «acquisition de localisation» : le scanner effectue deux examens rapides de l'échantillon, ce qui permet de délimiter précisément les zones à explorer.

Pour l'acquisition, deux modes d'expérimentation sont possibles : axial ou hélicoïdal:

- Le mode axial consiste à réaliser des vues en section de l'échantillon, la table étant immobile lors de l'acquisition des données et se déplaçant entre deux mesures. L'émission de rayons X y est ponctuelle.
- En mode hélicoïdal, la table se déplace en continu durant toute l'acquisition et l'émission de rayons X est également continue.

Le tableau V.2 présente les différents paramètres réglables et leurs valeurs extrêmes pour les deux modes:

Tableau V 2: Différents paramètres réglables et leurs valeurs extrêmes pour le mode axial et hélicoïdale

Paramètres	**Axial**	**Hélicoïdal**
Temps d'acquisition / coupe	0.5 à 4 secondes	0.5 à 1 seconde
Epaisseur de coupe	0.625 à 10mm	
Intervalle	Intervalle=Epaisseur*nbre d'images par rotations	Ep/10<Intervalle<2*Ep
Tension	80 à 140 Kv	
Intensité	10 à 440 mA, par pas de 5 Ma	

Le temps d'acquisition par coupe peut influer sur la résolution de l'image : s'il est trop court, l'image risque d'être bruitée. L'épaisseur de coupe joue sur la résolution spatiale. Elle est définie en fonction de la dimension et de la configuration des détecteurs. Les configurations des détecteurs sont les suivantes : 4 × 3,75 mm, 4 × 5,0 mm, 1 × 1,25 mm et 2 × 0,625 mm. Le premier chiffre correspond au nombre de détecteurs et le deuxième à l'épaisseur de la coupe. L'intervalle correspond à la distance entre deux coupes. La tension détermine la force de pénétration des rayons X, tandis que l'intensité est reliée au débit.

V.3.2.2. Outils d'analyse

Après reconstruction tomographique (simultanée à l'acquisition), on obtient une image volumique de l'échantillon sous la forme de séries d'images transversales de 512 x 512 pixels, la résolution dépendant du diamètre d'acquisition choisi.

Différents logiciels permettent de transformer les données récupérées grâce au scanner. Dans notre analyse, nous avons utilisé le logiciel de traitement d'image « Image J » développé par National Institutes of Health et divers plugins développés spécifiquement par Freyburger *et a.l,* 2009 pour des questions afférentes au matériau bois.

V.3.2.3. Echantillons

De chaque groupe d'essai (T, ST, SN et M), un billon a été scanné avant et après imprégnation. Les étapes sont illustrées par la figure V8. Le but des observations obtenues par tomographie scanner à rayons X est de suivre la répartition radiale de l'eau absorbée par le billon durant le processus d'imprégnation qui à duré 4 mois.

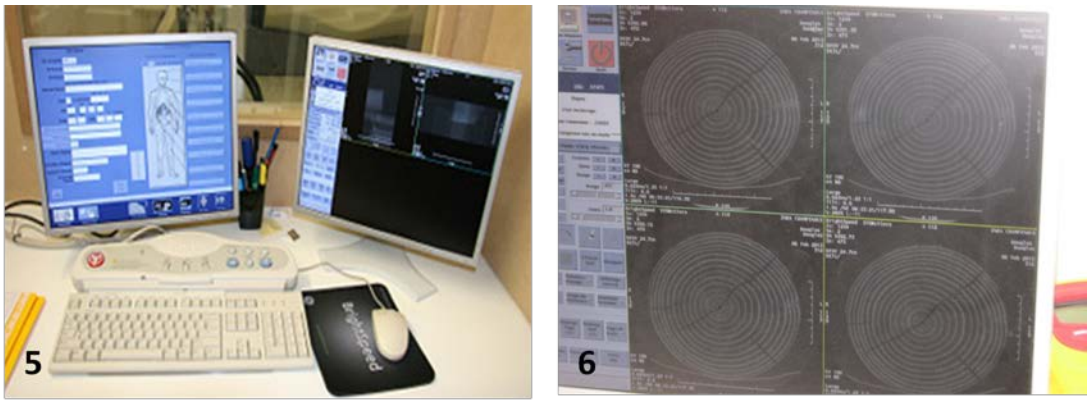


Figure V 8 : *Etapes de passage des échantillons de bois dans le scanner. Photos de 1 à 3 : Passage des billons avant imprégnation, 4 après imprégnation, 5 et 6 : interface du logiciel du scanner*

Les résultats sont obtenus sous forme de séries d'images au format dcm (Dicom).

Le logiciel du scanner génère automatiquement des scripts R (Freyburger *et al*., 2009) qui calculent des valeurs moyennes sur les coupes par cm. A l'origine, le traitement d'image était prévu pour des éprouvettes parallélépipédiques divisées en petits carreaux suivant 3 axes X (largeur), Y (épaisseur) et Z (longueur). Dans notre cas X est la position radiale (anneau) du billon, Y la position tangentielle (secteur) et Z la position longitudinale.

Les résultats générés automatiquement sont les suivants**.**

- **Tables :** Sous forme d'un fichier bilan qui rassemble les données par billon avec une ligne par petit secteur annulaire. Les données concernent la densité, la surface et la masse des secteurs avant et après imprégnation.
- **Figures :** quelques figures obtenues à partir les tables. A l'origine, elles sont faites pour des éprouvettes parallélépipédiques divisées en petits carreaux suivant 3 axes X (largeur), Y (épaisseur) et Z (longueur). Ici X est la position radiale (anneau), Y la position tangentielle (secteur) et Z la position longitudinale. Donc (x, y, z) = (lar, ep, lon) = (R, T, L).
- **Cartes :** cartes de propriétés : elles ne sont pas bien adaptées pour notre cas, à l'exception du billon séché thermiquement (ST). Dans le cas de la densité nous pouvons obtenir la carte de densité avant et après imprégnation dans les différents plans. Les informations sont reprises dans la formation du nom du ficher de la carte.

Les informations qui nous intéressent le plus sont données par les tables. A partir des valeurs de la densité, de la surface et des masses des secteurs avant et après imprégnation nous avons

calculé le gain de masse en pourcentage de chaque secteur. Le gain de masse pour chaque billon sera présentés sous forme de nuage des points illustrant la réparation radiale moyenne de l'eau adsorbée au cours de l'imprégnation dans 5 divisions virtuelles réparties sur toute la longueur des billons (50 cm de longueur), situées respectivement à 5, 15 ; 25, 35 et 45 cm (figure V.9).

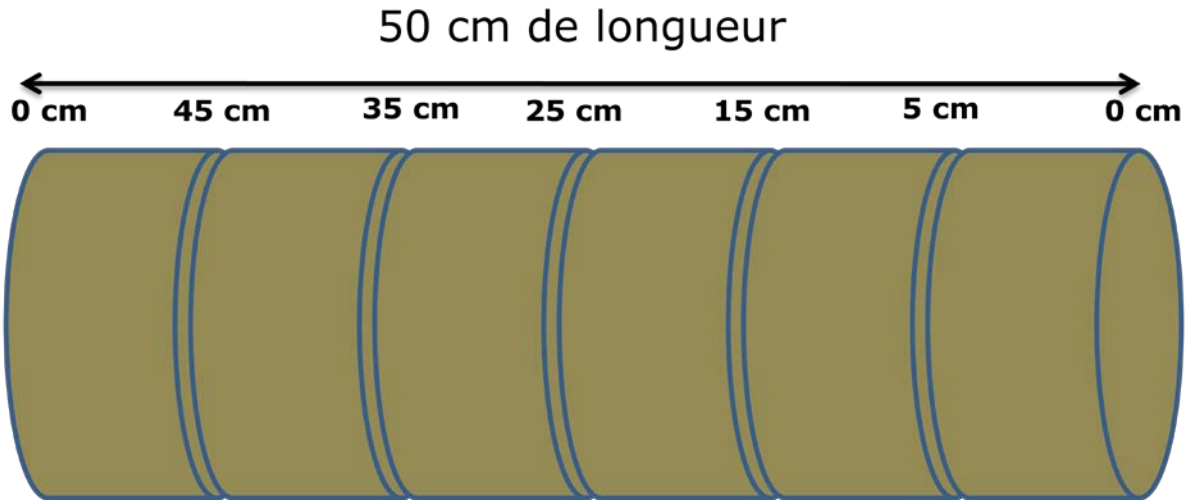


Figure V 9: *Billon de Duramen de Douglas divisé virtuellement en 5 divisions*

La division 5 par exemple correspond à la moyenne d'images entre le niveau 0 cm et le niveau 10 cm. La division 15 cm correspond à la moyenne d'images entre le niveau 10 cm et 20 cm et ainsi de suite.

V.4. Déroulage semi – industriel

Afin de pouvoir juger de l'efficacité des traitements d'imprégnation du duramen de Douglas, un déroulage semi – industriel a été effectué sur 18 billons, représentatif de chaque type d'essai :

- Deux billons témoins (Tv),
- Quatre billons séchés thermiquement (ST) à 103°C jusqu'à stabilisation de la masse puis immergés dans l'eau pendant quatre mois,
- Quatre billons séchés naturellement (SN) pendant trois semaines dans un endroit aéré puis immergés dans l'eau pendant quatre mois,
- Quatre billons verts immergés dans l'eau renouvelée (T) chaque semaine pendant quatre mois,
- Quatre billons verts immergés dans l'eau stagnante (M) pendant quatre mois.

V.4.1. Bouillotage

Habituellement le bois de Douglas est traité thermiquement avant le déroulage, par chauffage dans l'eau à 60°C pendant 24 heures (étuvage). Pour reproduire le procédé industriel de préparation au déroulage, tous les billons ont été systématiquement étuvés dans une bouilloteuse.

V.4.2. Caractéristiques de la dérouleuse utilisée

Les billons de 50 cm ont été déroulés sur la dérouleuse instrumentée "SEM Automation S500" du LABOMAP, dotée d'un système d'acquisition qui permet la mesure des efforts exercés sur l'outil et sur la barre de pression. La dérouleuse permet d'avoir un placage de 10/10 à 60/10 mm d'épaisseur à partir de billons de 450 à 850 mm de longueur et de diamètre compris entre 180 et 500 mm.

Comme toute dérouleuse industrielle, elle comporte (voir figure V.10).

(1) Deux paires de broches d'entraînement des billons de type télescopique ayant respectivement un diamètre de 110 et de 70 mm.

(2) Un chariot porte-couteau de course maximale 225 mm.

(3) Un couteau de 950 mm de long, maintenu par des vis à réglage manuel. L'angle de bec est de 20°.

(4) Une barre de pression angulaire, réglable manuellement. Son support est lié au chariot porte-couteau.

(5) Un rouleau anti-flambement, toujours disposé à 36° par rapport à l'axe vertical des broches.

(6) Un enrouleur de placage, automatique et démontable.

(7) Quatre capteurs piézoélectriques à quartz permettant la saisie des efforts.

Plus de précision sur la dérouleuse et les mesures effectuées sont présentées dans l'Annexe N°5.

V.4.3. Paramètres de déroulage

Chaque billon a été déroulé en épaisseur de 30/10 mm. Le choix de l'épaisseur est basé sur le fait que pour la fabrication du bois lamellé LVL (laminated veneer lumber) ou du contreplaqué le placage est usuellement déroulé à 30/10 mm. Les paramètres de coupe pour

tous les billons sont fixés en utilisant des réglages conventionnels. Ainsi, le déroulage est effectué à une vitesse de 1 $m.s^{-1}$ jusqu'à un diamètre résiduel du billon de 7 cm. La barre de pression est réglée à un taux de compression de 10 %. La côte verticale est de 10/10 mm pour l'épaisseur 30/10 mm et de 6/10 pour 14/10 mm. L'angle de dépouille est ajusté à 0°. Le déroulage des 18 billons a été fait avec le même couteau sans aucun affûtage. En effet les industriels ne changent de couteau que toute les deux heures alors qu'ils déroulent 18 billons en moins de 20 minutes.

V.4.4. Mesure des efforts

Les efforts sur l'outil et sur la barre sont mesurés par 4 capteurs piézoélectriques à quartz. Lorsqu'il est contraint, chaque capteur fournit 3 signaux sous forme d'un courant électrique sur les axes d'un repère orthonormé X, Y et Z (Pour nous X c'est H et Y c'est V). Le signal est ensuite amplifié puis numérisé. Ainsi, lors d'un essai, les efforts Hc ($H_{couteau}$) , Vc ($V_{couteau}$), Hb (H_{barre}) , Vb (V_{barre}) sont continuellement enregistrés en temps réel.

L'acquisition se fait via un programme réalisé sous LabView. Ce dernier enregistre les données sous forme de tableau (enregistrement en ficher texte, fichier.txt) et permet de visualiser les profils des efforts mesurés (figure V.11). Le programme nous permet aussi de calculer la moyenne et l'écart-type sur une portion de courbe de variation de l'effort en fonction du temps. Les efforts sont exprimés en daN. m^{-1} d'arête après avoir renseigné la longueur exacte du billon. On obtient ainsi les deux composantes orthogonales de l'outil de coupe (Hc et Vc) et de la barre de pression (Hb et Vb).

Les efforts mesurés sont ceux du bois sur les outils (couteau ou barre) (figure V 12). Dans le repère choisi (H= Horizontal V=Vertical) les efforts sur la barre H barre et V barre sont tous les deux forcément positifs, avec un ratio H/V qui vaut environ 4. L'effort vertical sur la lame (V couteau) est nécessairement positif aussi.

L'effort horizontal sur la lame peut être très variable selon les paramètres de déroulage : étuvage –densité du bois –épaisseur de placage –réglage de la dépouille…

La figure V 13 est un schéma des angles de réglage en déroulage utilisés. Les appellations d'angles utilisées ici ne sont pas celles normalisées et la barre utilisée n'est pas exactement celle-ci. Nous avons cherché un réglage de dépouille qui permet d'avoir une légère « plongée d'outil » : effort constamment négatif mais stable et d'intensité faible.

Le réglage choisi semble satisfaisant (dépouille positive variant de 1.5° à 1° entre le début et la fin du déroulage de chaque billon), avec des valeurs moyennes comprises entre -100 et -200 daN.

Concernant la position de la barre de compression, son rôle est d'établir dans la zone de coupe un état de contrainte favorable pour obtenir un placage de qualité. En particulier, on cherche à limiter la fissuration. La barre est positionnée par rapport à l'arrête du couteau par deux côtes (figure V 14).

- Une cote verticale v, généralement égale au tiers environ de l'épaisseur du placage déroulé
- Une cote de passage, mesurée par des cales étalon entre la face d'attaque du couteau et l'arrête de la barre.

Ce passage est légèrement inférieur à l'épaisseur du placage qu'il comprime juste avant la coupe. Cette cote est aussi exprimée par le taux de compression. Un taux de 5 à 20% est usuel, correspondant à un passage de 95 à 80 %.

Pour le déroulage de tous les billons de duramen de douglas utilisé pur cette étude, le taux a été réglé à 10% (passage = 90%, soit 2.7 mm pour l'épaisseur déroulée de 3 mm)

Les courbes obtenues sont satisfaisantes.

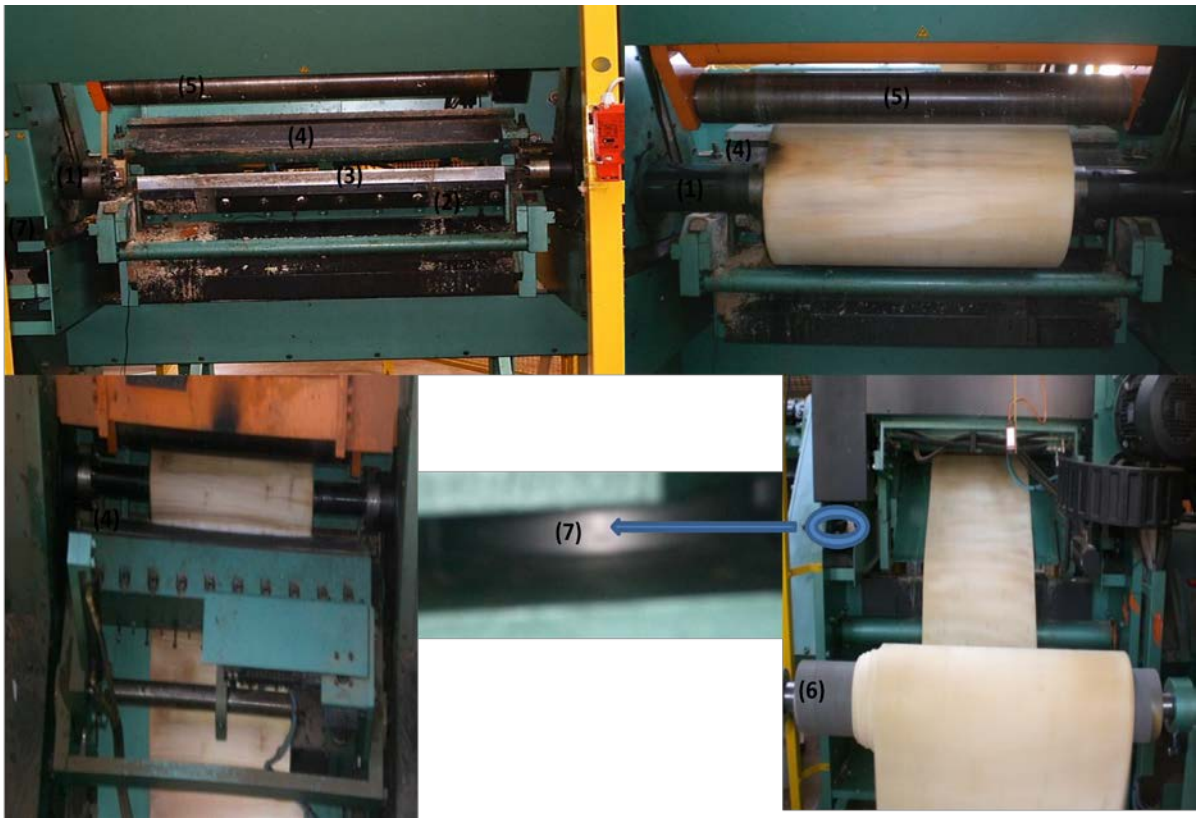


Figure V. 10 *Dérouleuse utilisée "SEM Automation S500".*

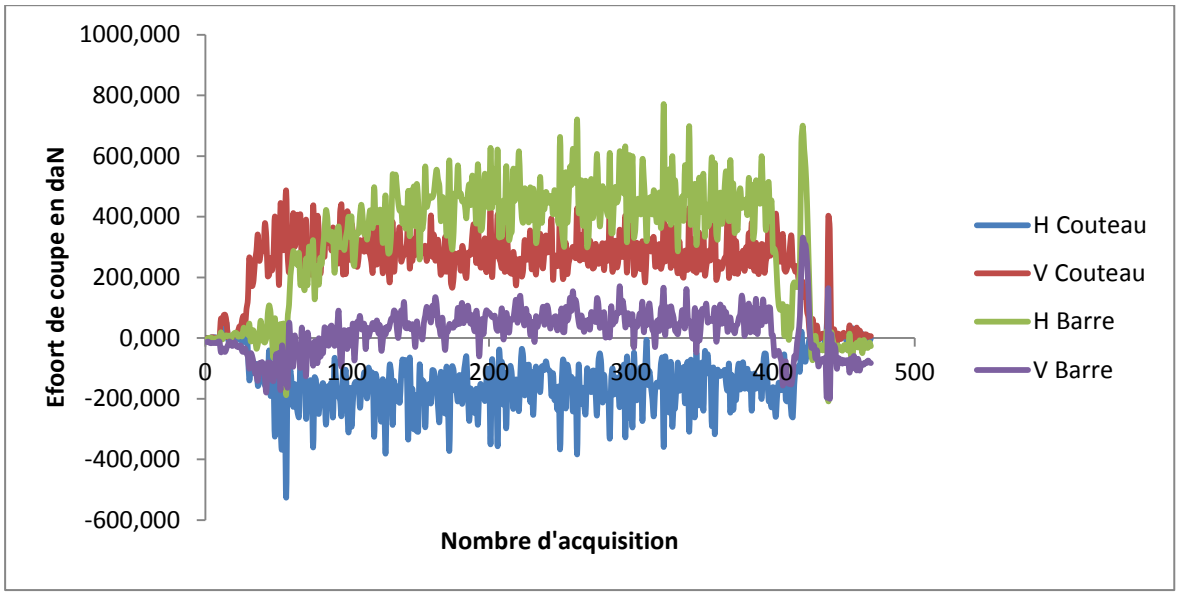


Figure V. 11 : *Exemple de courbe de variation des efforts enregistrés pour un billon témoin.*

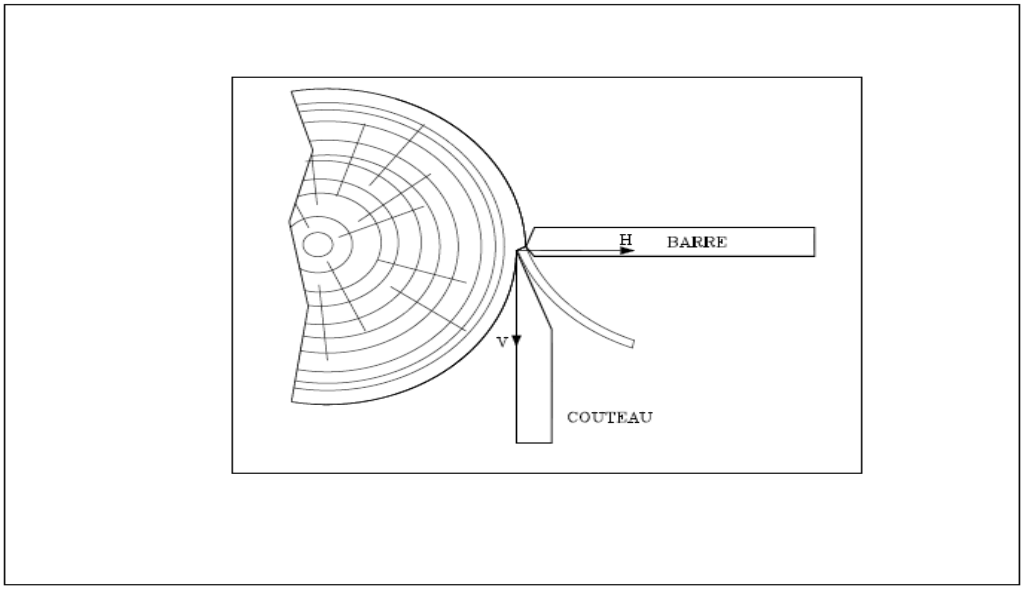


Figure V. 12: *Forces de déroulage, H et V*

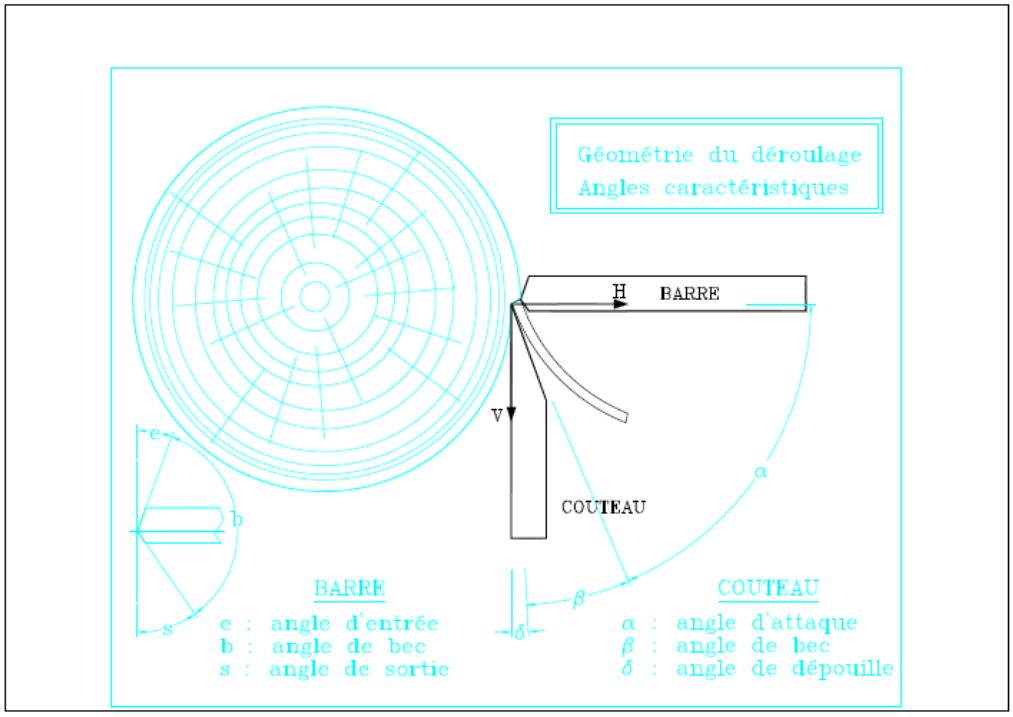


Figure V 13 : *Géométrie du déroulage et angles caractéristiques*

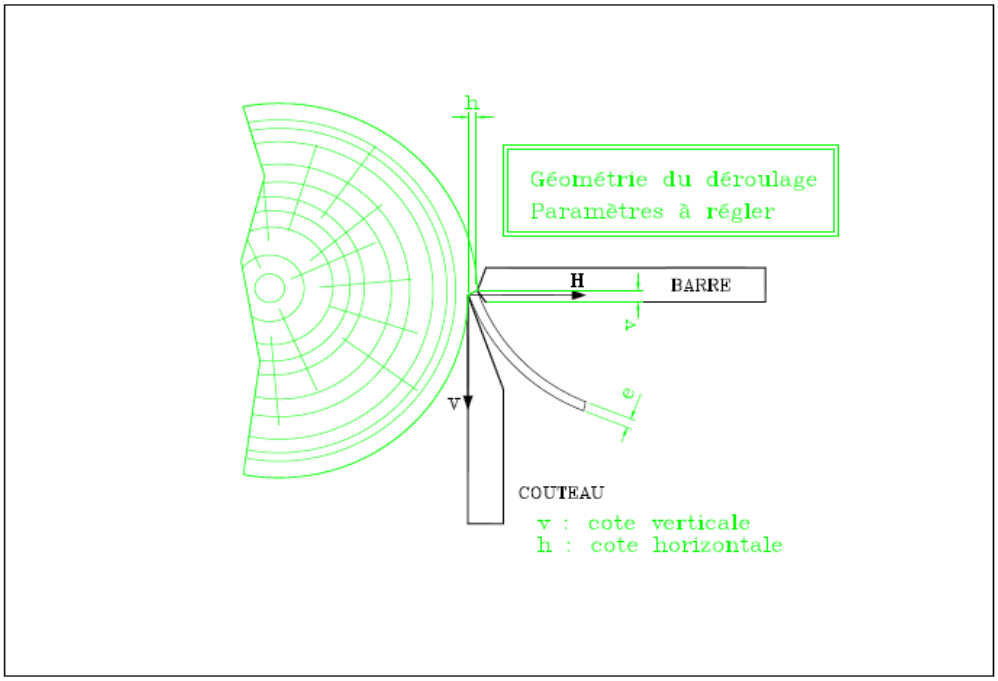


Figure V. 14 : *Géométrie du déroulage et paramètres à régler*

V.4.5. Caractérisation des placages

L'évaluation objective de la qualité du placage n'a jamais été aisée. C'est pourtant une étape clé pour évaluer la qualité du déroulage. Cette complexité est due à la difficulté de définir des critères qualitatifs, puisqu'ils dépendent de l'utilisation à laquelle le placage est voué. La notion de la qualité du placage ne faisant l'objet d'aucune norme, la tâche n'en est pas facile.

De différentes recherches menées à ce sujet font ressortir un certain nombre de critères : l'homogénéité de l'épaisseur, la planéité, l'état de surface, la fissuration mais aussi la couleur et la nodosité (Lutz, 1976 ; Marchal, 1983 ; Movassaghi, 1985 ; Mothe, 1990).

Dans ce travail, nous nous sommes contentés d'une appréciation visuelle de la qualité.

V.5. Résultats et discussions

V.5.1. Cinétique d'imprégnation des billons

Les résultats présentés sur la figure V.15 montrent le rapport de la prise d'eau moyenne (gain de masse) par imprégnation sur la masse initiale (à l'état vert). Les billons de duramen de Douglas ont une longueur de 50 cm et 20 cm de diamètre, le calcul s'effectue selon la formule suivante :

$$Gain\ de\ masse\ en\ \% = \left(\frac{\mathrm{mt-mi}}{\mathrm{mi}}\right) \mathrm{x}\ 100 \qquad (15)$$

Avec mt est la masse des billons à l'instant t d'imprégnation et mi = masse initiale des billons à l'état vert.

Comme tous les billons seront déroulés en fin du cycle d'imprégnation et nous n'aurons pas la possibilité de mesurer leur masse anhydre, nous allons présenter les résultats de la cinétique d'imprégnation sous forme de gain de masse au lieu de l'humidité absolue utilisée pour la mesure de la cinétique d'imprégnation des petits échantillons.

Le paragraphe V.2.2.1 a présenté les quatre expériences d'imprégnabilité sur des :

- billons séchés thermiquement à 103°C jusqu'à l'état anhydre (ST),
- billons séchés naturellement jusqu'à 18% d'humidité (SN),
- billons verts (32% d'humidité), avec une immersion dans de l'eau stagnante (M),
- billons verts (32 % d'humidité), avec une immersion dans de l'eau renouvelée chaque semaine (T).

Il est possible d'observer sur la figure V.15 (courbes T et M) la difficulté de faire rentrer de l'eau dans le duramen du bois de Douglas par la méthode de trempage simple. Le renouvellement de l'eau n'a pas montré d'effet quant à l'amélioration de l'imprégnabilité. L'effet du séchage préalable des billons sur l'imprégnabilité est très nette (figure V.15, courbe ST). Le séchage naturel des billons semi-industriel a montré un effet moins important sur l'amélioration de l'imprégnabilité contrairement aux observations obtenues précédemment dans le chapitre III.10 avec des petits échantillons pour les quels un effet significatif du séchage naturel a été constaté (III.10, figures III.25, III.26 et III.27). Cette différence de comportement peut être due à la courte période du séchage naturel, les 15 jours de séchage des billons dans un endroit aéré semblent insuffisants, par comparaison avec les échantillons de petite taille, prélevés à partir des planches séchées naturellement pendant cinq ans.

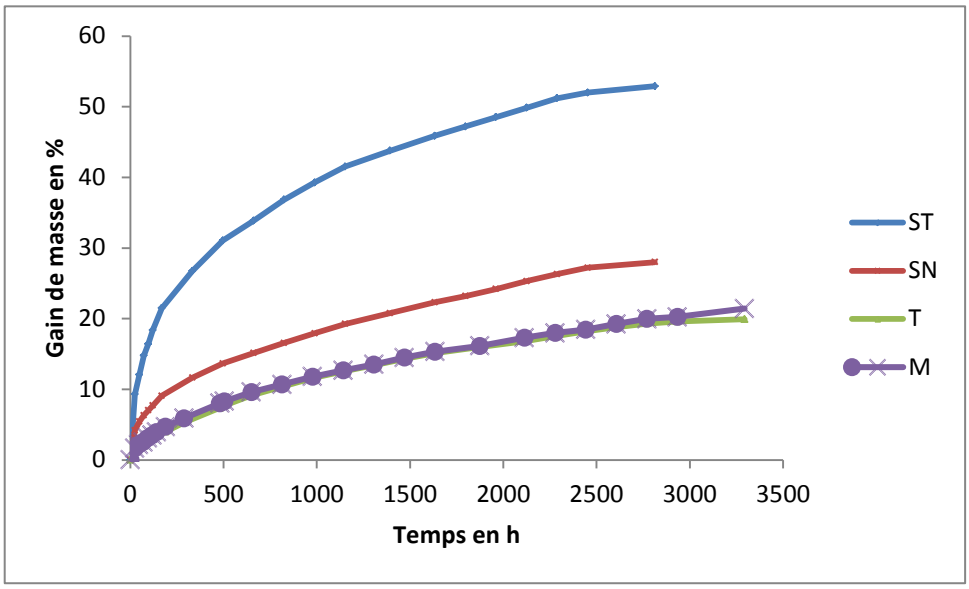


Figure V 15: *Adsorption d'humidité par immersion entre 0 et 10 semaines par rapport à la masse verte.*

La différence remarquable de point de vue pénétration d'eau entre les billons séchés thermiquement (figure V.15, courbe ST) et les autres billons peut s'expliquer par la formation des fentes et des fissures à deux niveaux : macroscopique (fentes radiales et tangentielles sur la section du billon) et microscopique (au niveau de la paroi cellulaire et au niveau des torus des ponctuations aréolées). Le marinage n'a pas apporté d'amélioration de l'imprégnabilité. Les résultats obtenus par immersion du bois vert dans de l'eau stagnante (courbe M) ou renouvelée (courbe T) sont très similaires. La cause du non effet du marinage pourrait être expliquée par le fait que de temps à autre nous rajoutons de l'eau neuve au bac d'immersion à cause de l'évaporation de l'eau durant les quatre mois du cycle d'imprégnation. Le prétraitement par séchage naturel (SN) offre une amélioration remarquable mais reste beaucoup moins important que le traitement thermiquement.

Les résultats sur la reprise d'humidité du duramen de Douglas confirment les observations rapportées par les laboratoires du C.T.B.A. sur d'autres essences (figure V.16).

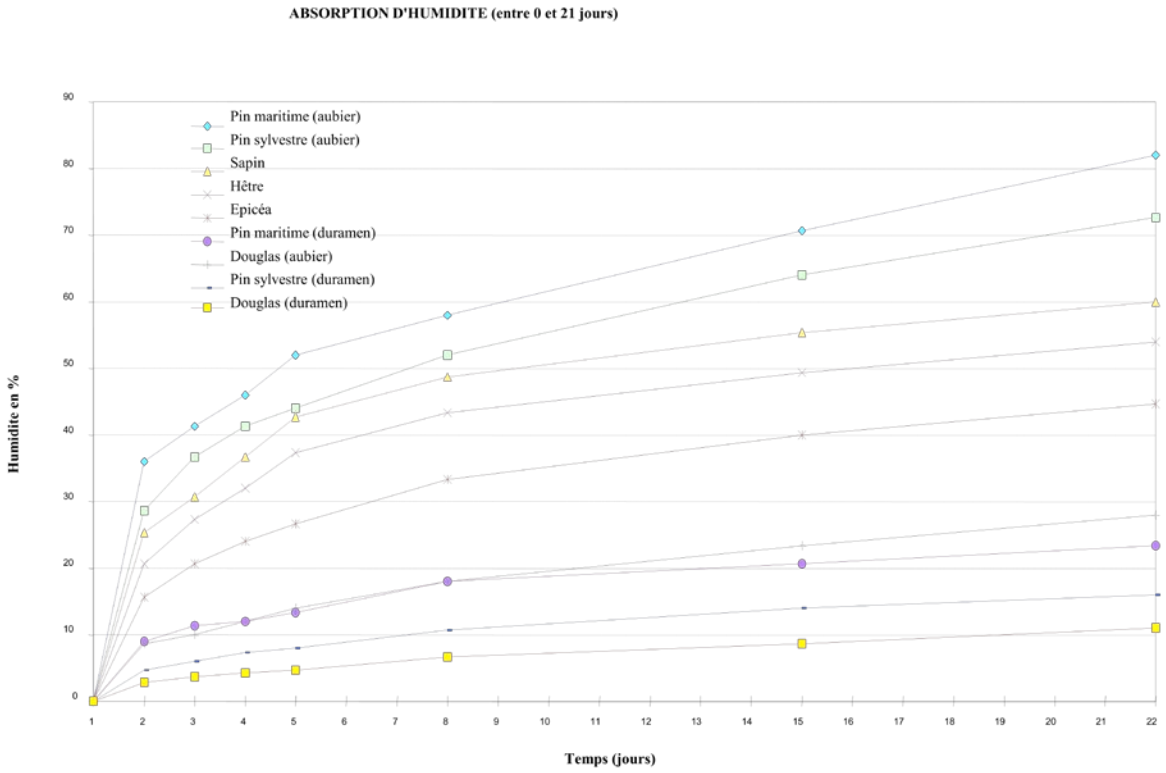


Figure V 16 *: Absorption d'humidité par immersion entre 0 et 21 jours (Document C.T.B.A.)*

Les résultats de la figure V.16 confirment que la reprise d'eau par le Douglas est très faible. Il est difficilement envisageable de faire reprendre par une méthode d'immersion suffisamment d'humidité au bois de Douglas pour effectuer un déroulage dans de bonnes conditions.

V.5.2. Mesure de l'imprégnation

La figure V.17 présentes la vitesse d'imprégnation moyenne en fonction du temps de trempage et de l'humidité résiduelle des billons de duramen de Douglas de même section (0,0314 m^2) et de même longueur (50 cm).

Les résultats montrent qu'il ya un effet très significatif du séchage sur le pouvoir des billons d'être pénétrés par l'eau. Rappelons que la vitesse de l'imprégnation en $m.s^{-1}$ a été calculée comme le rapport du débit volumique sur la section de l'échantillon (III.8.2).

La vitesse maximale est enregistrée pour les quatre types d'essaie à 24 heures d'imprégnation. La valeur la plus élevée de cette vitesse est enregistrée pour les billons séchés thermiquement

(ST). Le classement des vitesses d'imprégnation maximales par ordre d'importance en fonction de l'humidité du départ est le suivant :

- On trouve en première position les billons séchés thermiquement (ST) (courbe en bleu) avec une vitesse de $30{,}18.10^{-8}$.m.s^{-1},
- En deuxième position arrivent les billons séchés naturellement (SN) (courbe rouge) avec une vitesse de $12{,}99.10^{-8}$.m.s^{-1},
- Les billons verts immergés dans de l'eau renouvelée (T) (courbe en vert) ou stagnante (M) (courbe en violet) ont respectivement des vitesses moyennes d'imprégnation de $4{,}21.10^{-8}$.m.s^{-1} et $4{,}98\ 10^{-8}$.m.s^{-1}.

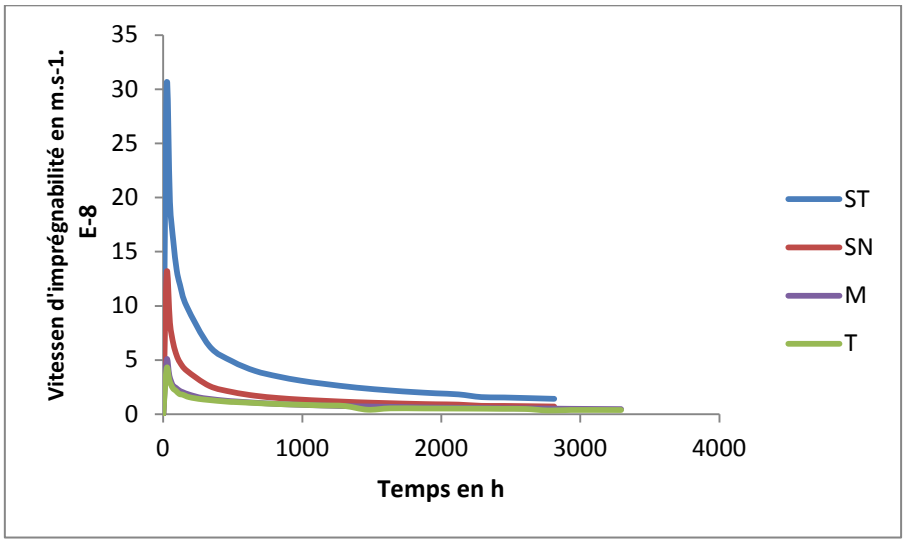


Figure V 17 : *Vitesse moyenne d'imprégnation des billons*

La figure V.18 montre la différence nette dans le gain de masse moyen par imprégnation entre les billons séchés thermiquement et les billons séchés naturellement. Le séchage thermique est plus efficace, il a permis un gain de masse de plus de 70 % par rapport à la masse sèche, alors que le séchage naturel n'a offert qu'environ 25 % de gain de masse.

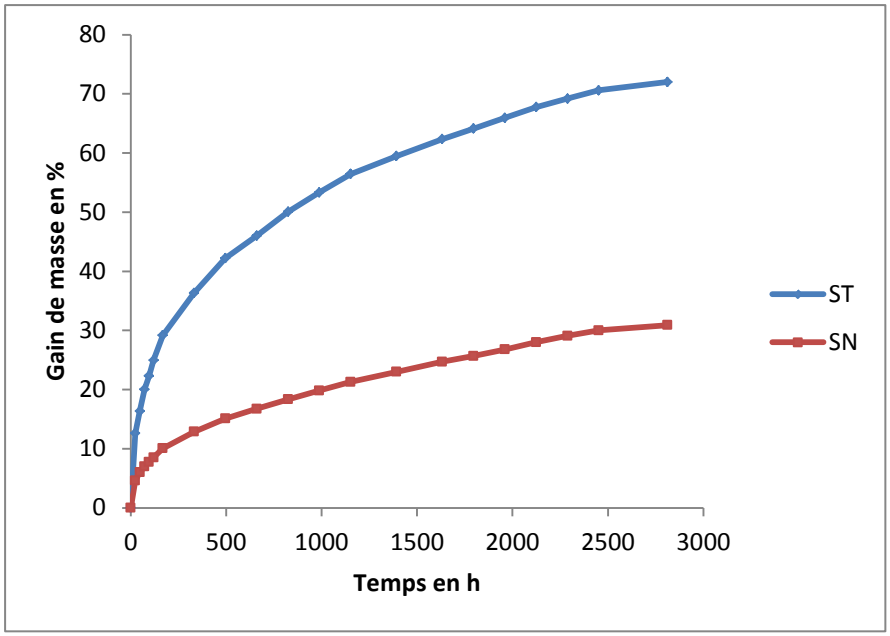


Figure V 18 : *Cinétique de gain de masse moyen par rapport à la masse sèche : Billons séchés thermiquement (ST) et billons séchés naturellement (SN)*

V.5.3. Analyse des cartographies d'humidité du duramen

L'utilisation des deux méthodes :

- La double pesée, méthode destructive ayant pour but de mieux apprécier l'influence du traitement préalable des billons sur la reprise de l'humidité dans le duramen entre les extrémités du billion et le disque central,
- Le scanner tomographique à rayon X, méthode non-destructive qui permet d'étudier la répartition de l'humidité dans les échantillons d'une manière précise sur la totalité de l'échantillon. Dans notre cas nous avons déterminé 5 profile dans 5 sections ou divisions virtuelles répartie d'une manière équitable sur chaque billon (5, 15 ; 25, 35 et 45 cm).

V.5.3.1. Analyse des cartographies d'humidités par la méthode de la double pesée

Les figures V.19 à V.22 montrent les cartographies d'humidité établies sur 3 disques de chaque billon (deux disques des parties périphériques et un disque central).

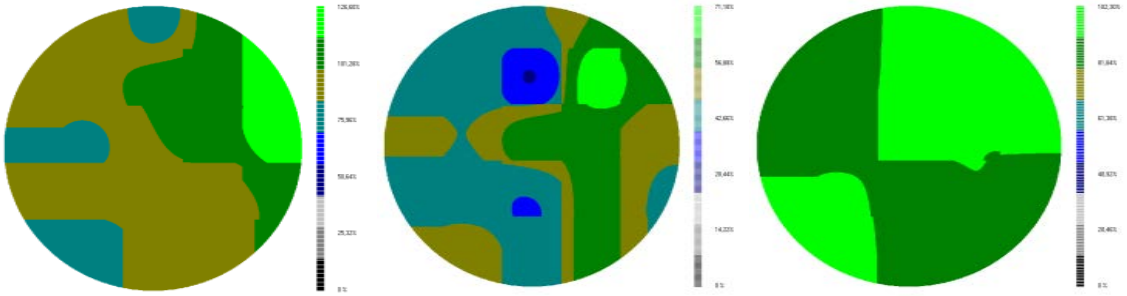


Figure V 19 : *Cartographies d'humidités établies sur les 3 disques du billon séché thermiquement ST*

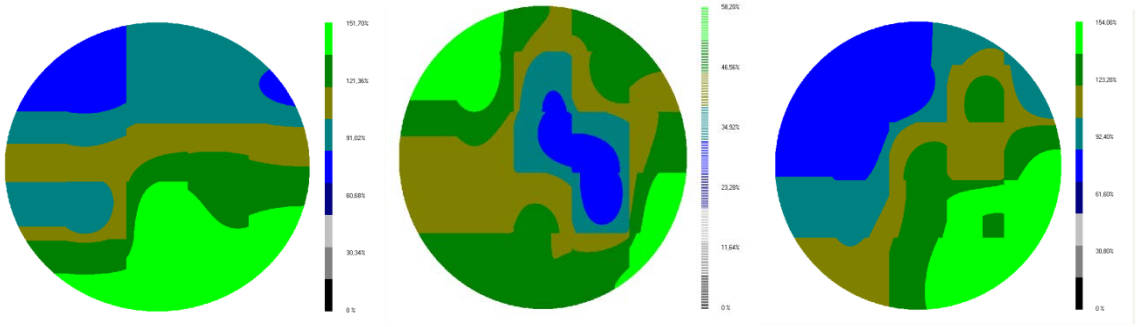


Figure V 20: *Cartographies d'humidités établies sur les 3 disques du billon témoin T*

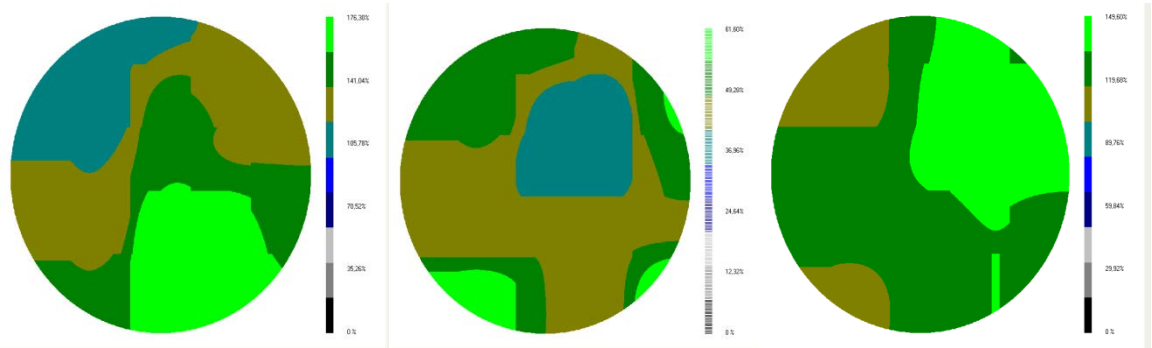


Figure V 21: *Cartographies d'humidités établies sur les 3 disques du billon témoin mariné M*

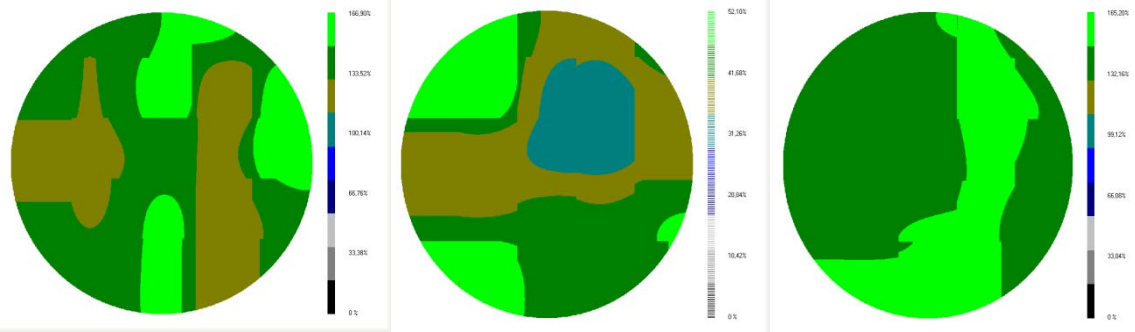


Figure V 22: *Cartographies d'humidités établies sur les 3 disques du billon séché naturellement SN*

Sur l'ensemble des cartographies, la lecture des résultats indique une hétérogénéité de répartition d'humidité. Les taux d'humidité moyenne sont plus élevés dans les parties périphériques par rapport à la partie centrale.

Le tableau V.3 récapitule les résultats du taux d'humidité mesurée pour les quatre types d'expérience (T, M, SN et ST). Les rondelles de la périphérie sont nommées 1 et 3, celle du centre 2. On observe un taux moyen d'humidité plus élevé chez les billons séchés naturellement (SN) et marinés (M) avec respectivement 106,9 % et 105,2 % de reprise d'eau. Les billons témoin (T) et séchés thermiquement (ST) ont repris respectivement 92,8 % et 80,8 % d'eau. Ce classement tient compte de l'humidité à la périphérie des billons qui est de 140% pour les billons (SN) et 135,0 % pour (M), 117 % pour (ST) et 90 % pour (T).

Au centre des billons, un autre classement se manifeste en proposant les billons (ST) en première position avec 51,1 % de reprise d'humidité, suivis par les billons marinés (M) et les témoins avec respectivement 46,8 % et 44,1 %. En dernière position viennent les billons (SN) avec 40,4 % de reprise d'humidité.

La tendance générale de la répartition d'humidité dans les billons testés est similaire aux résultats trouvés sur les petites éprouvettes de 2 x 2 x 12 cm^3 (paragraphe III.9.4) lors des essais de trempage qui ont également montré la difficulté de faire pénétrer l'eau en profondeur dans le duramen de Douglas.

Parmi les 3 groupes d'essais et le témoin, le séchage thermique à 103°C (ST) donne une meilleure homogénéité d'imprégnation sur tout le billon. Ceci est évalué par la valeur de dispersion (coefficient de variation), 28 % dans ce cas.

Tableau V3 : Récapitulatif des taux d'humidité moyenne, en %.

Billons	Humidité Rondelle 1	Humidité Rondelle 2	Humidité Rondelle 3	Humidité moyenne	Coeffcient de variation (%)
(T)	118,5	44,1	115,9	92,8	43
(M)	138.3	46.8	130.5	105.2	41.5
(SN)	139.3	40.4	141.2	106.9	48.5
(ST)	99.5	51.5	91.6	80.8	28

IV.5.3.2. Analyse des cartographies d'humidités par Rayon X (Scanner tomographique)

Le scanner médical à rayon X a permis d'obtenir des séries d'images en 3D des variations de densité. Les mesures, basées sur l'effet d'atténuation des rayons X absorbés par l'eau ou la matière ligneuse du bois sont réalisées sans aucun dommage pour les billons scannés. Ces images nous ont permis de tracer la répartition radiale de l'eau adsorbée par les billons sur toute leur longueur. Elles sont sous forme de série de coupes jointives de 512 x 512 pixels, avec une distance entre coupes de 0,625 mm et une résolution de chaque coupe de 0,5 $mm.pixel^{-1}$. Pour analyser les images du scanner nous avons utilisé le logiciel « Image J » de National Institutes of Health et divers plugins développés spécifiquement par Freyburger *et al*, 2009 pour l'application au matériau bois.

Rappelons que deux sectorisations des images (Figure V.8) ont été effectuées :

- Découpage en 36 rayons ou secteurs de 10° × 10 anneaux de largeur identique (figures V.25 à V.28).
- Découpage en 8 rayons × 20 "pseudo-cernes" (figures V.29 à V.32)

Les résultats sont donnés sur des moyennes de secteur de l'image pour chaque cm pour la sectorisation 36 × 10 et tous le 0,5 cm pour la sectorisation 8 x 20.

Les valeurs de la variation des densités de bois avant et après imprégnation correspondent à la quantité d'eau adsorbée. Le scanner génère des images en coupes successives accolées avec des nuances de gris traduisant les valeurs de densité. Sur des secteurs identiques, la densité moyenne avant et après imprégnation est calculée à partir du nombre de pixels et de la valeur de chacun de ces pixels. Des exemples des cartographies obtenues avec le scanner tomographique sont présentés sur la figure V.23.

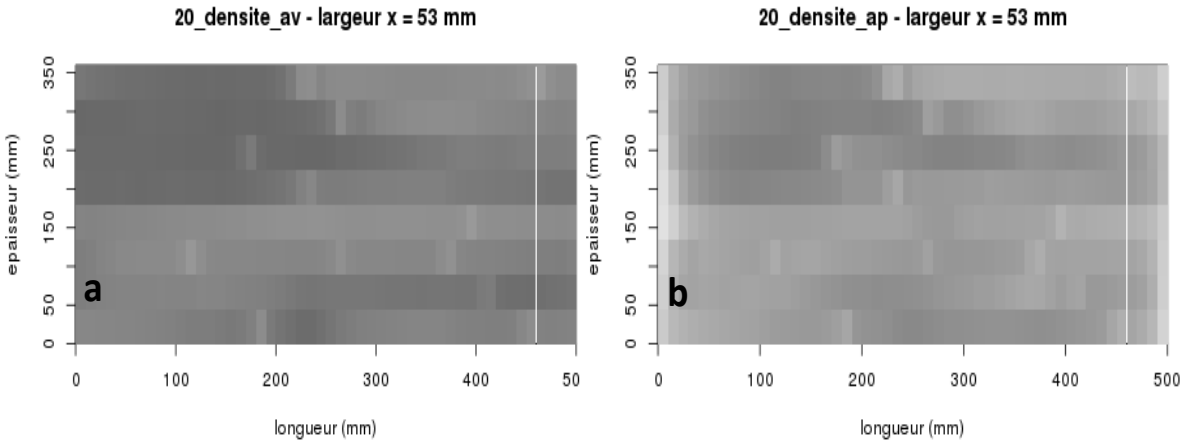


Figure V 23: *Cartes de densité avant (a) et après traitement (b) dans le plan largeur-épaisseur. Billon séché thermiquement (ST).*

La densité anhydre n'est calculée que pour le billon séché thermiquement puisque c'est le seul billon qui a été ramené à l'état anhydre. La densité anhydre moyenne calculée est de 398,68 $kg.m^{-3}$ alors que la densité humide moyenne est de 607,31 $kg.m^{-3}$.

Contrairement à l'humidité, la densité est relativement stable sur le rayon. D'une façon générale, la densité est plus faible près de la moelle puis augmente vers la périphérie (figure V.24). Ce phénomène peut être attribué à un défaut de séchage qui aurait provoqué des fentes périphériques et des micros fractures à l'intérieur du billon. Pour la densité humide, nous observons une densité supérieure aux divisions 5'cm et 45' cm par rapport aux autres niveaux (15', 25' et 35'cm). Cette supériorité est très nette dans les 7 premiers centimètres (7 premiers secteurs), elle est due essentiellement à la proximité de ces deux niveaux des plans transverse du billon. Au niveau de la moelle (secteurs 9 et 10), l'ordre est inversé avec une densité plus importante dans les divisions 15, 25 et 35 cm, cela pourrait être expliqué par l'initiation des fentes de séchage au niveau de la moelle. Ces fentes s'initient à partir du plan transverse et se prolongent en prenant d'ampleur vers le centre du billon le long de l'axe longitudinal.

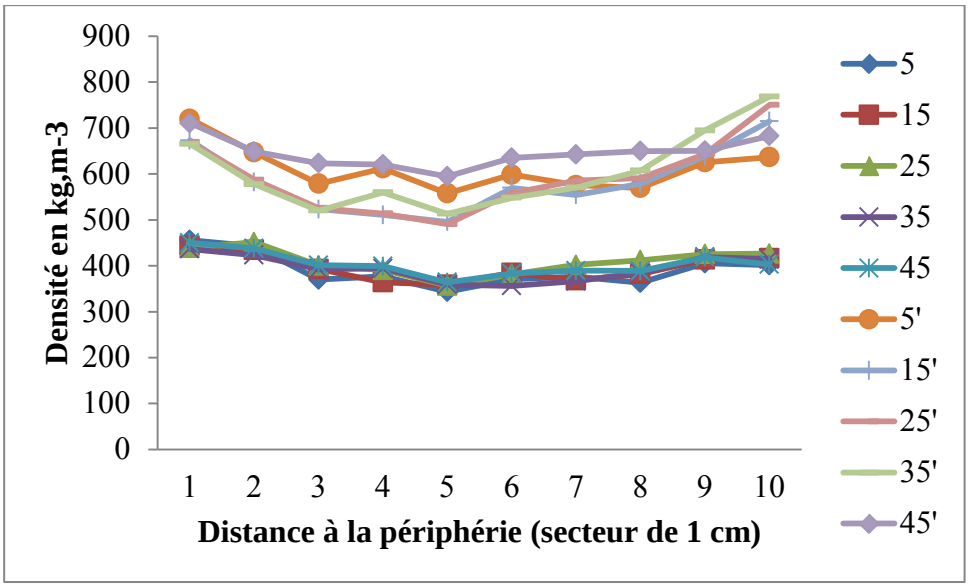


Figure V 24: *Variation radiale et verticale de la densité du bois mesurée au scanner à Rayon X à l'état anhydre et à l'état humide du billon ST. L'axe des abscisses correspond à la position radiale dans le billon en allant de l'écorce vers la moelle. Les numéros dans la légende correspondent aux positions dans l'axe du billon de longueur 50 cm*

(5, 15, 25, 35, 45 : Densité avant imprégnation ; 5', 15',25', 35' et 45' : Densité après imprégnation)

Les figures V.25 à V.27 et V.29 à V.31 montrent encore une fois la difficulté de faire rentrer de l'eau dans le duramen du Douglas. L'eau n'arrive à rentrer que superficiellement et ne dépasse guerre quelques millimètres pour les différentes modalités étudiées, exception faite pour les billons séchés thermiquement (figures V28 et V.32), qui ont enregistré le meilleur gain de masse que se soit en périphérie (80 – 100 %) ou en centre du billon (35 - 80 %). Nous avons même observé qu'il y a autant d'eau pénétrée en centre des billons qu'en périphérie.

Pour les billons témoins, marinés ou séchés naturellement, la même tendance est enregistrée. Une grande hétérogénéité de répartition d'eau : Une légère rentrée d'eau dans les divisions 5 et 45 cm, favorisées par leur proximité du plan transverse, alors que dans le reste de divisions, le gain de masse est quasi nul.

Même remarque évoquée un plus haut sur la figure V.24 sur le gain de masse élevée des divisions 5 et 45 cm au niveau de la moelle (60 – 80 %). Cela est sans doute expliqué par les traces des broches de la dérouleuse laissées sur le centre des plans transverses lors du

déroulage de la parie aubier des billons. Les traces ont dû favoriser une pénétration d'eau sur quelques centimètres le long de l'axe des billons.

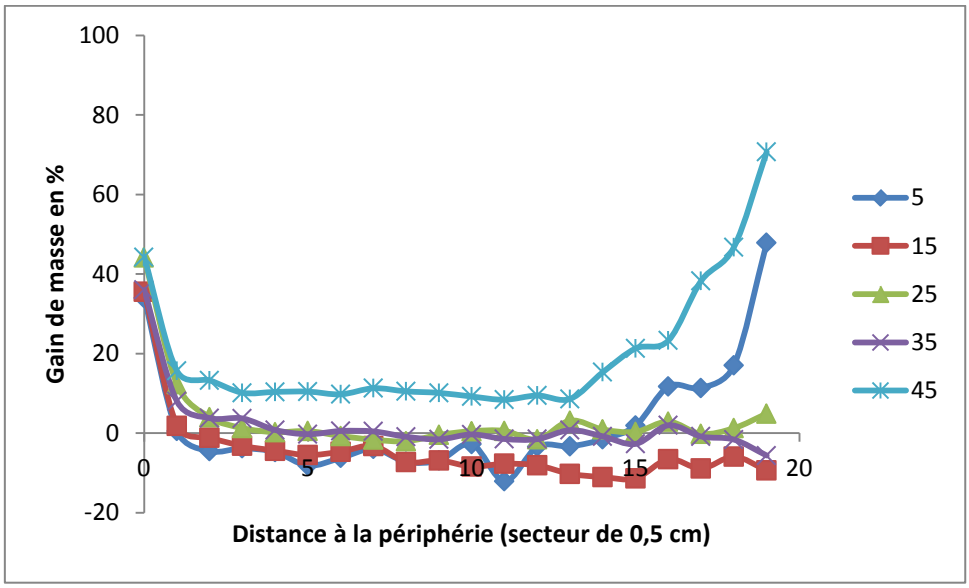


Figure V 25 : *Répartition radiale de l'eau absorbée par le billon témoin (T) au cours du cycle d'imprégnation*

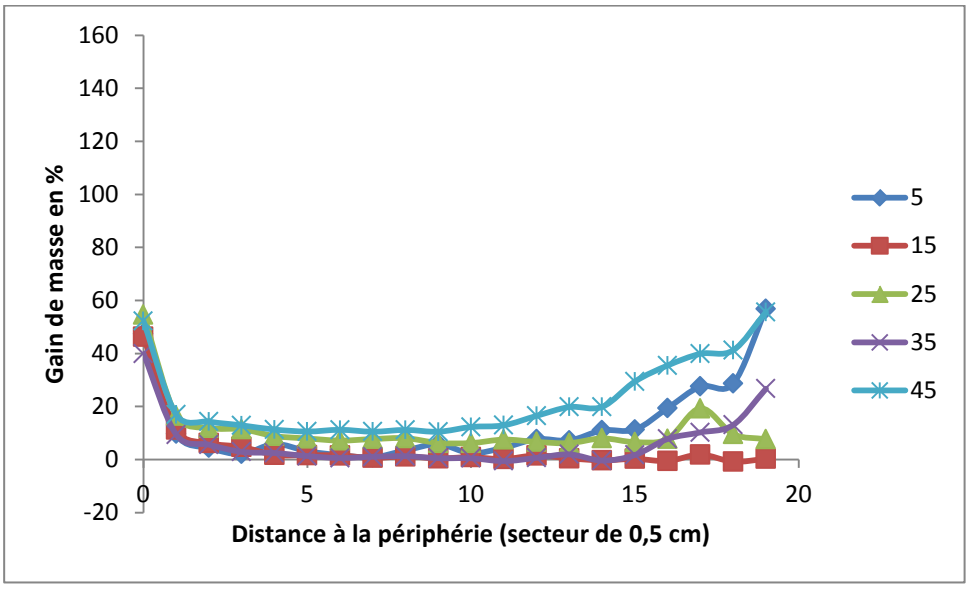


Figure V 26: *Répartition radiale de l'eau absorbée par le billon mariné dans l'eau stagnante (M) au cours du cycle d'imprégnation*

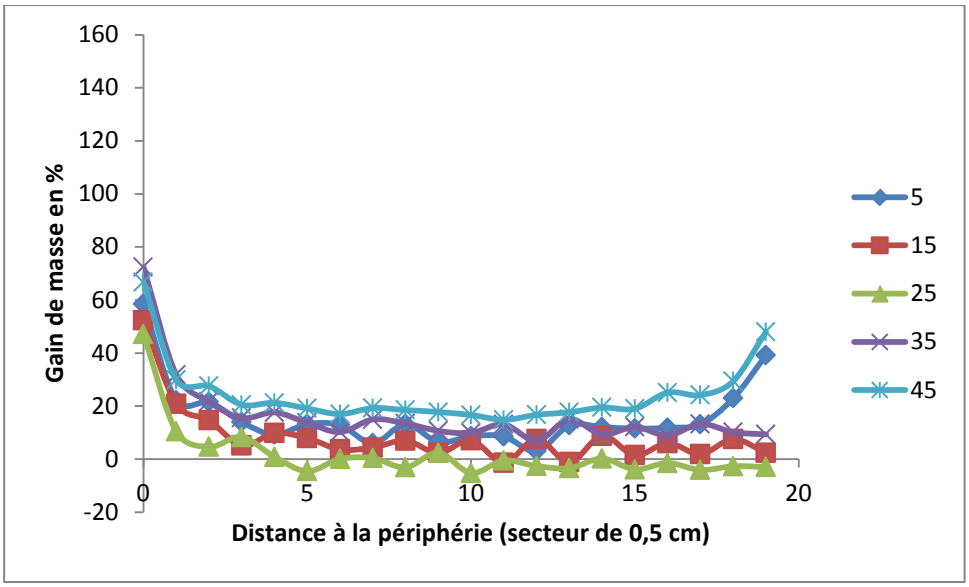


Figure V 27: *Répartition radiale de l'eau absorbée par le billon séché naturellement (SN) au cours du cycle d'imprégnation*

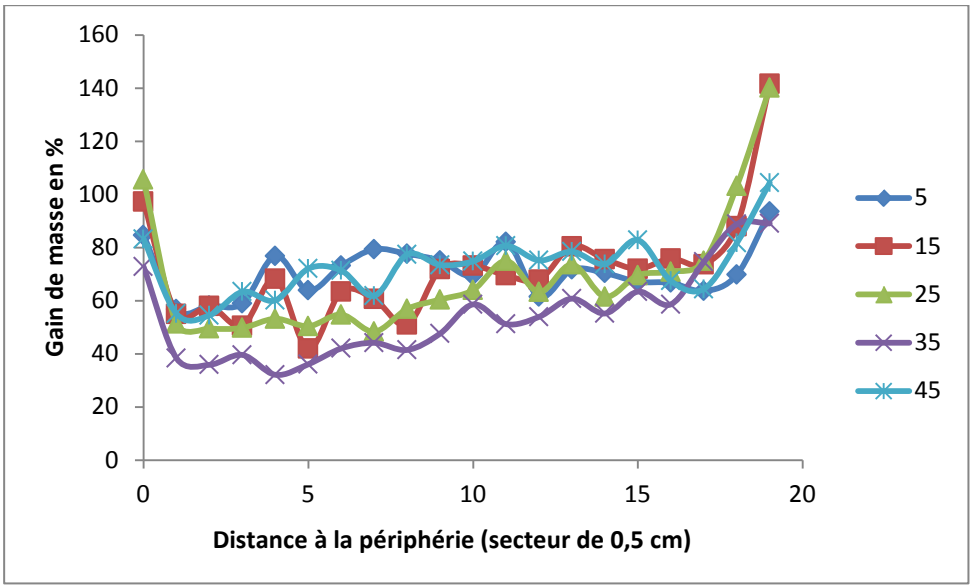


Figure V 28: *Répartition radiale de l'eau absorbée par le billon séché thermiquement (ST) au cours du cycle d'imprégnation*

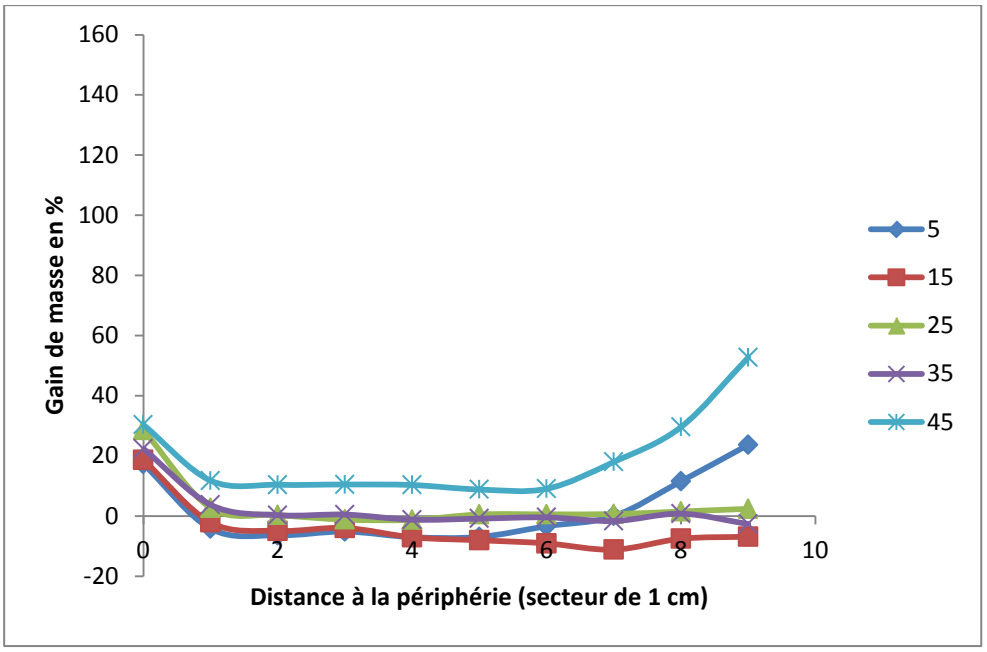


Figure V 29 : *Répartition radiale de l'eau absorbée par le billon témoin (T) au cours du cycle d'imprégnation*

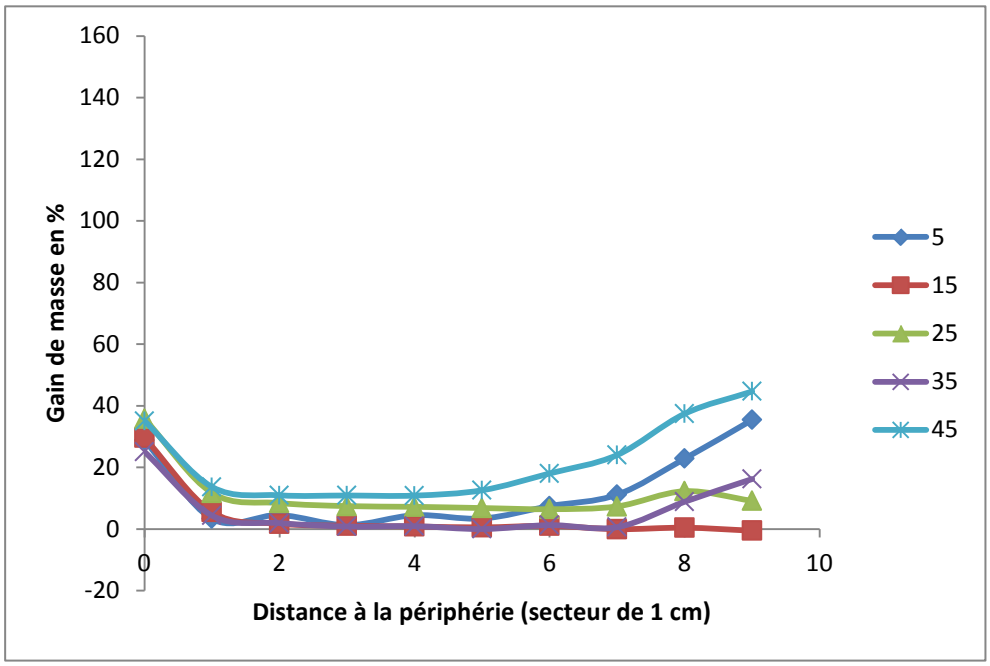


Figure V 30 : *Répartition radiale de l'eau absorbée par le billon mariné dans l'eau stagnante (M) au cours du cycle d'imprégnation*

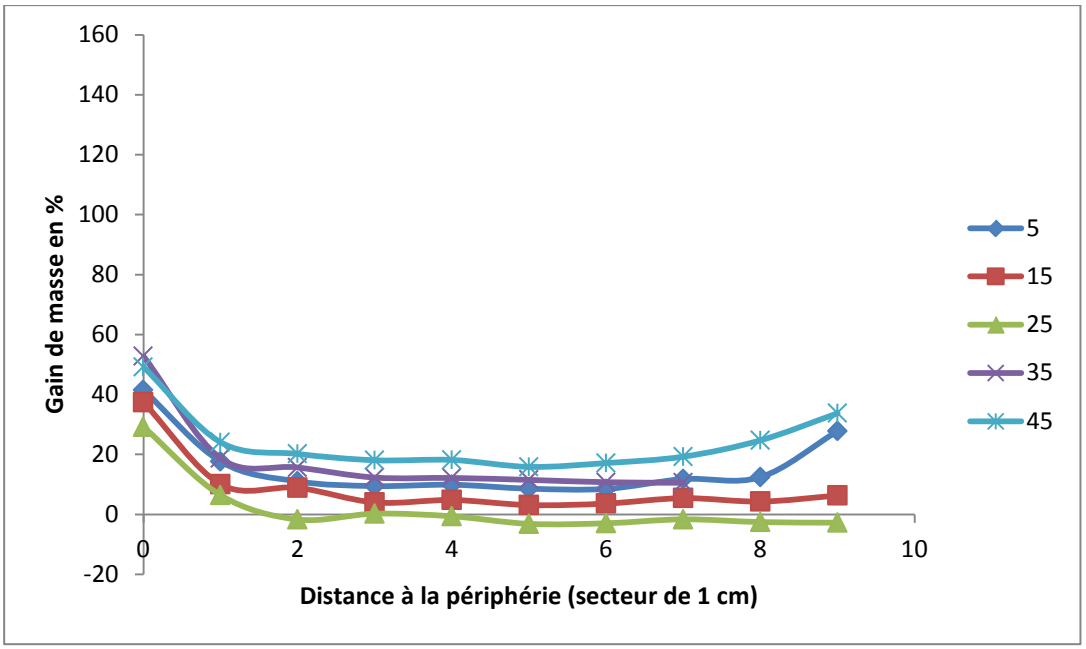


Figure V 31 : *Répartition radiale de l'eau absorbée par le billon séché naturellement (SN) au cours du cycle d'imprégnation*

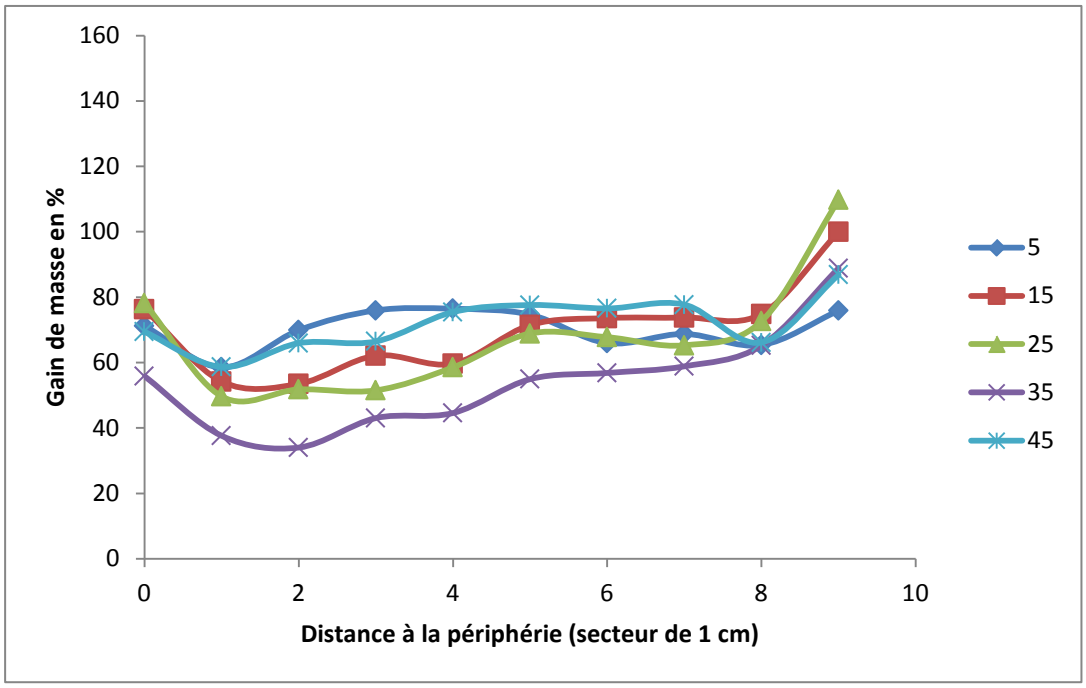


Figure V 32 : *Répartition radiale de l'eau absorbée par le billon séché thermiquement (ST) au cours du cycle d'imprégnation*

IV.5.4.Efforts de coupe et qualité des placages obtenus

Les différents traitements étudiés dans ce travail doctoral n'ont pas permis d'atteindre l'objectif qui est d'augmenter l'humidité du duramen de Douglas d'une manière homogène d'au moins 10 %. Les efforts de coupe au cours des essais de déroulage ont été étudiés afin de savoir si les traitements d'imprégnation ont une influence. Les tests ont été effectués sur les billons issus des quatre types d'imprégnations (T, M, SN, ST) détaillés dans ce chapitre et sur deux billons verts du même arbre (figure III.3) qui n'ont subit aucun cycle d'imprégnation (tableau V4). Un traitement hygrothermique (bouillotage à 60°C pendant 24h) suivi par un déroulage de 50/10 mm à été effectué systématiquement sur tous les billons déroulés.

Tableau V4: Récapitulatif sur le nombre d'échantillons par type d'expérience

Type d'expérience	Nombre d'échantillons	Imprégnation	Etuvage à l'eau	Déroulage
T	3	oui	oui	oui
M	4	oui	oui	oui
SN	4	oui	oui	oui
ST	3	oui	oui	Non
Tv	2	Non	oui	oui

Comme nous l'avons évoqué précédemment, le taux d'humidité atteint par les différents types d'expériences reste faible et de répartition hétérogène. Il est difficile de parler de différence de comportement aussi bien en termes d'efforts de coupe qu'en qualité des placages obtenus.

Les billons séchés thermiquement n'ont pas résisté aux efforts de coupes, ils se sont effondrés sur la dérouleuse.

Généralement, un grand écart type résulte d'un déroulage fissuré, la moyenne n'étant pas forcément très affectée. Mais ici, la nodosité et l'excentricité du billon sont sans doute les facteurs les plus influents sur la moyenne et sur l'écart-type des efforts.

Pour que le déroulage soit correcte, on sait que la composante horizontale de l'effort sur le couteau doit être légèrement négative, ce qui traduit une légère situation de plongé d'outil et garantie une bonne stabilité de coupe (Marchal *et al*, 1993).

Pour bien apprécier cet effort par rapport à nos différentes modalités, nous devons considérer les variables telles que la densité du bois, la nodosité, l'humidité, les quelles sont directement affectées par nos modalités d'expérience. Or, nous avons observé qu'il n'y a pas de tendance particulière qui se dégage entre les différentes modalités concernant cet effort Horizontal du billon sur le couteau (Les figures V.35 à V.38). Si on néglige la particularité commune du Douglas à être difficile à dérouler, cela pourrait s'expliquer par la teneur en eau adsorbée qui reste trop basse pour tous les billons déroulés (30 %).

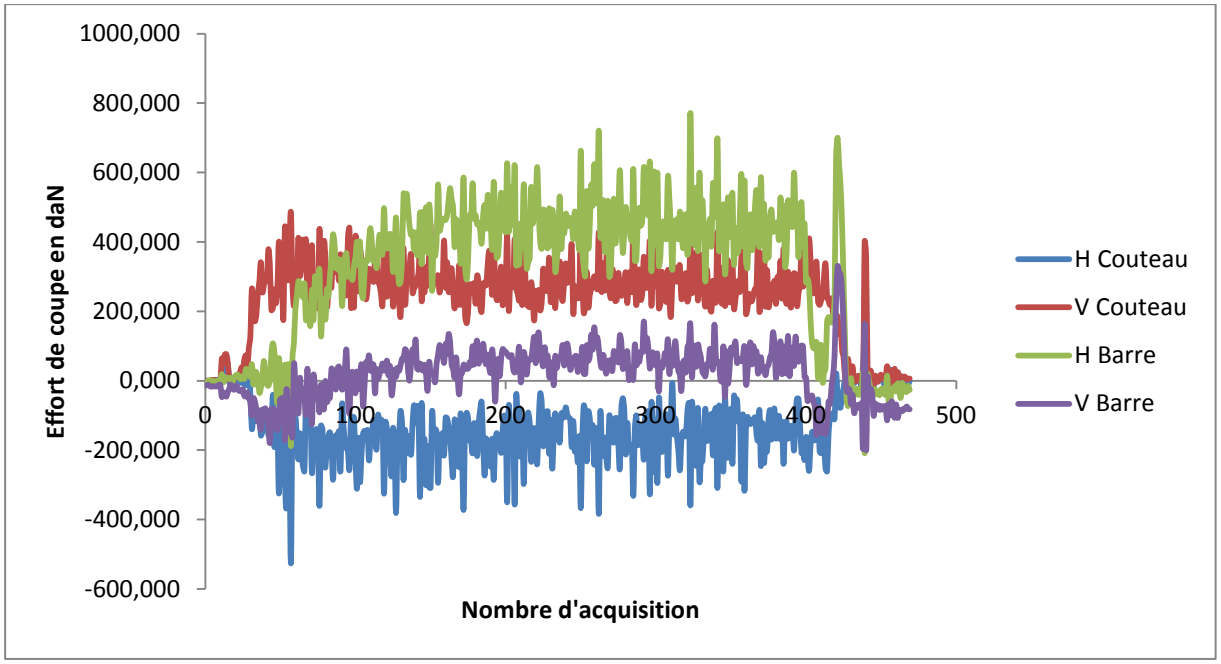


Figure V 33: *Courbe de variation des efforts de coupe du billon témoin vert mariné dans l'eau renouvelée*

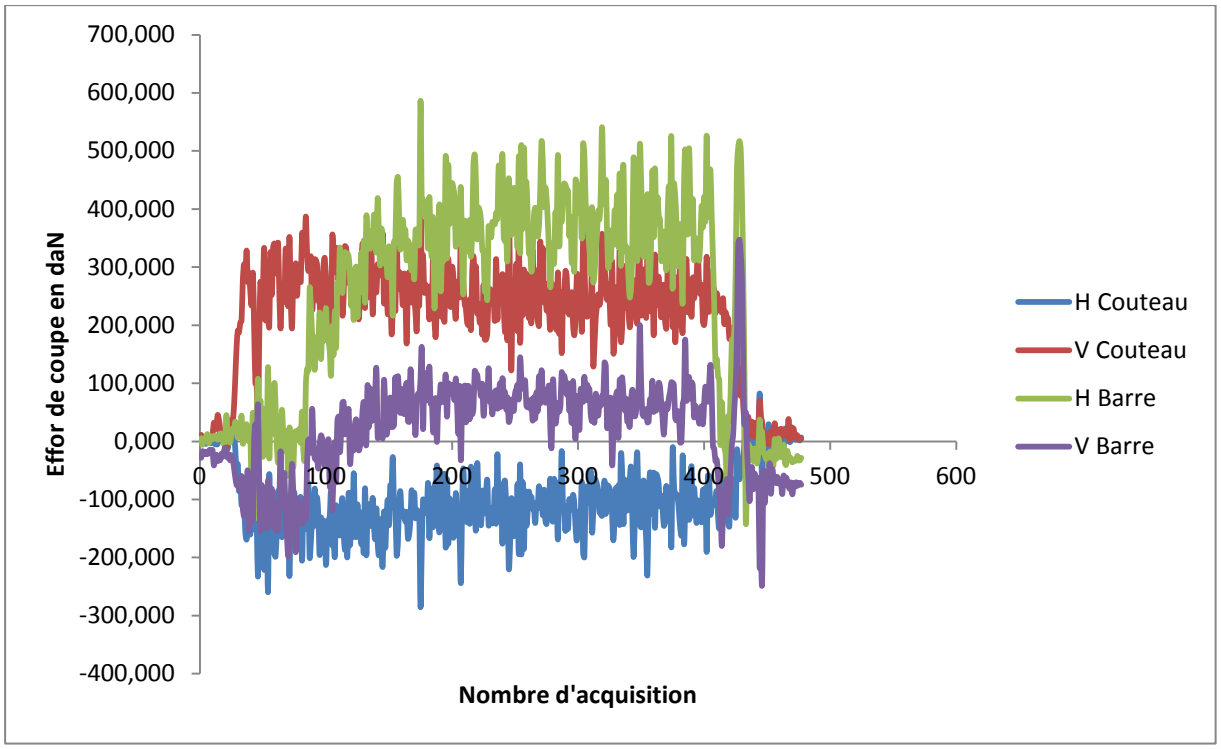


Figure V. 34: *Courbe de variation des efforts de coupe du billon séché naturellement et marinée dans l'eau renouvelée*

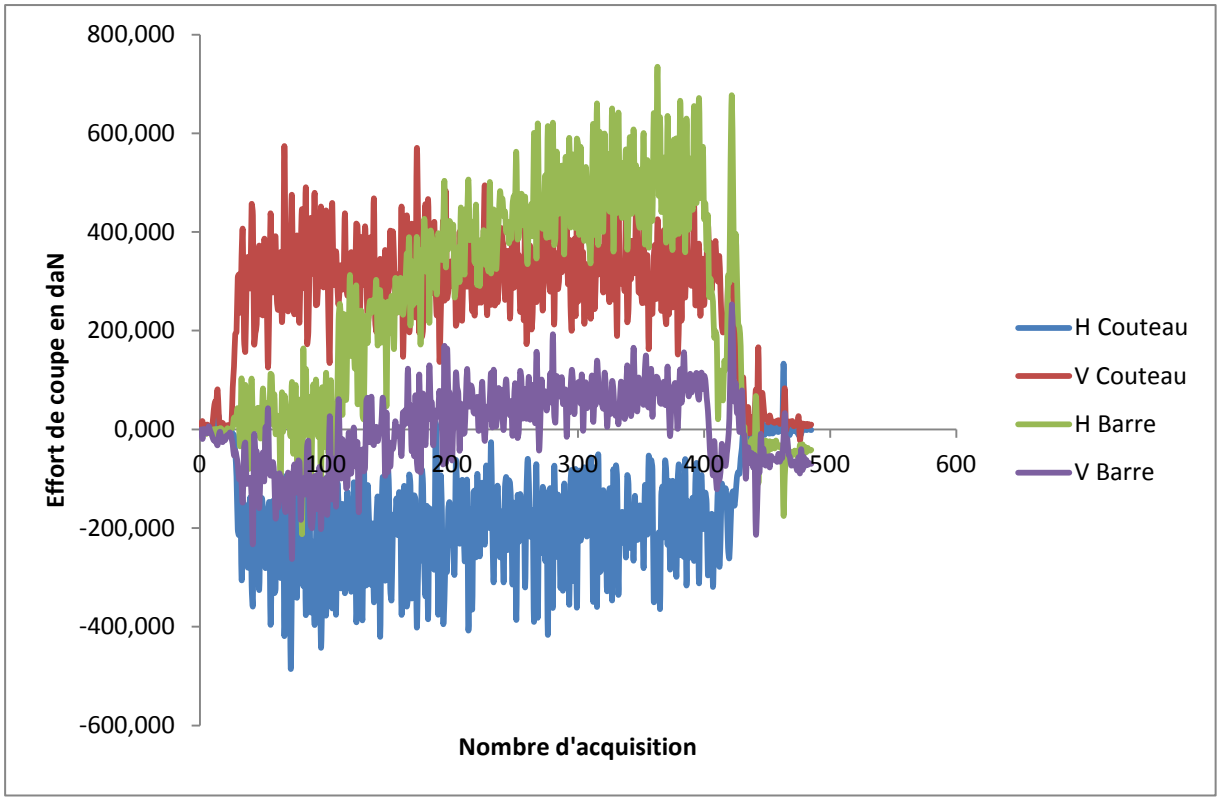


Figure V. 35 : *Courbe de variation des efforts de coupe du billon mariné pendant 4 mois dans l'eau stagnante*

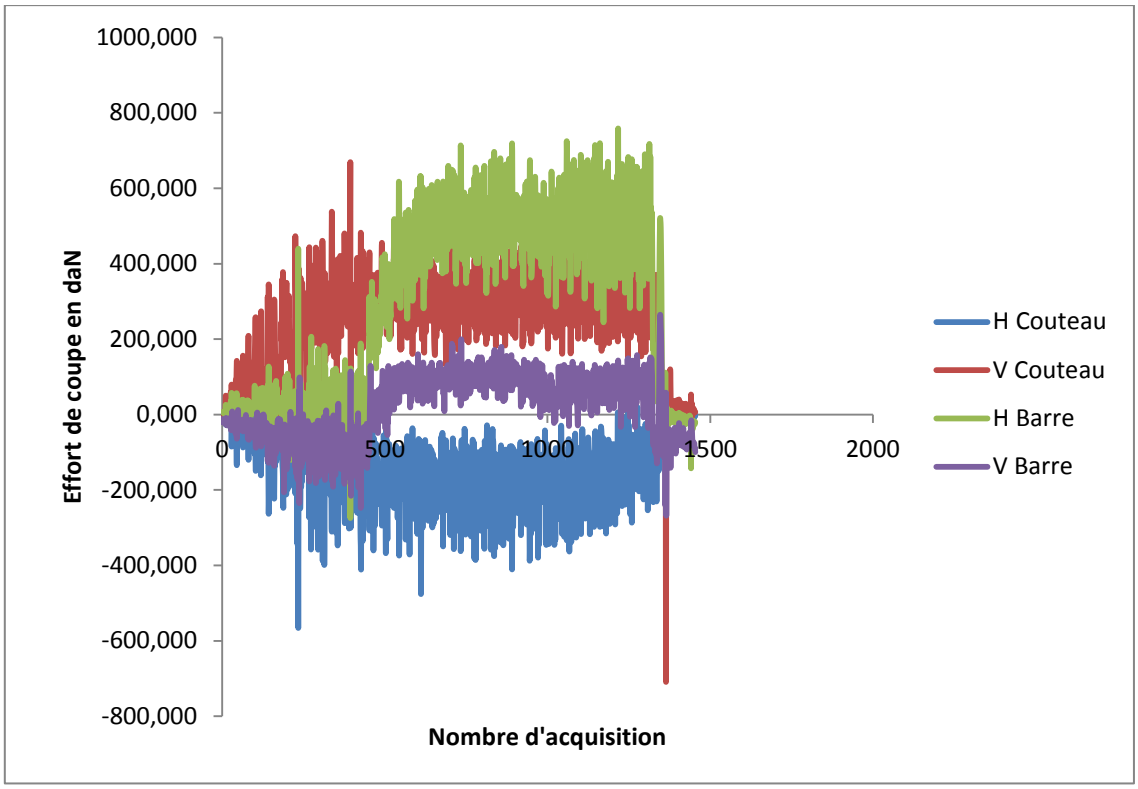


Figure V. 36 : *Courbe de variation des efforts de coupe du billon témoin vert non mariné*

V.6. Conclusion du chapitre V

L'évolution de l'humidité en fonction du temps de trempage et de l'humidité résiduelle des billons de duramen de Douglas de même diamètre (20 cm) et de même longueurs (50 cm) montre l'efficacité du séchage préalable sur la capacité du bois d'être pénétré par l'eau. Toutefois, cette amélioration d'imprégnabilité reste très hétérogène et insuffisante pour améliorer significativement la qualité des placages obtenus par déroulage semi-industriel. Le taux d'humidité mesurée sur disque ou par tomographie à rayons X confirme la persistance de l'hétérogénéité de la répartition d'humidité sur toutes les modalités d'expériences étudiées.

Concernant les vitesses d'imprégnation moyennes maximales, nous avons observé une différence très nette entre les deux échelles de mesure, à savoir l'échelle de paillasse sur des échantillons de 20 x 20 x (2, 4 et 6) cm^3 en RTL (chapitre IV) ou l'échelle industrielle sur des billons de 20 cm de diamètre et de 50 cm de longueur. Le tableau V.5 regroupe les différents résultats trouvés dans les deux échelles de mesure et montre l'effet des dimensions sur les vitesses d'imprégnation.

Tableau V 5 : Résultat des vitesses

moyennes maximales d'imprégnabilité trouvés sur des échantillons de petites dimensions (20 x 20 x (2, 4 et 6) cm^3 en RTL) et des billons de 20 cm de diamètre et de 50 cm de longueur

Vitesse d'imprégnation moyenne maximale ($m,s^{-1}.10^{-8}$) observées après 24 h de trempage à l'eau de distribution							
Humidité résiduelle en %	**38**	**20**	0	ST	T	M	SN
Longueur 2 cm	**2,92**	5,39	7,65	30.18	13.22	15.6	12.99
Longueur 4 cm	**2,28**	4,12	5,83				
Longueur 6 cm	**1,9**	3,33	5,63				

Conclusions et perspectives

Les professionnels de déroulage ont signalé un problème au cours du déroulage du bois de Douglas. A l'état vert, ce bois est connu par un duramen très sec (30-40% d'humidité) et une très mauvaise imprégnabilité à l'eau au cous de son étuvage à l'eau. Cette sécheresse du bois à coeur est à l'origine des difficultés de l'opération de déroulage et des pertes importantes occasionnés par les nombreux arrachements et fissurations du placage obtenu. Le dérouleur est alors confronté, en plus du taux de placage inutilisable important et des mauvaises qualités mécaniques pour les produits dérivés, à une usure plus rapide d'outils et une plus grande consommation d'énergie.

L'objectif principal du présent travail était de cerner les contraintes qui s'opposent à l'imprégnation à l'eau du bois du duramen de Douglas destiné pour le déroulage, en vue de trouver les solutions appropriées en proposant notamment des pistes technologiques expoitables à une échelle industrielle, sur la base d'une meilleure compréhension des facteurs influençant l'imprégnabilité de ce type de bois lors de son étuvage.

L'étude bibliographique nous a permis de constater que l'imprégnabilité à l'eau des bois peu imprégnables dont le bois de Douglas a été très peu étudiée et plus particulièrement l'effet des paramètres physicochimiques et anatomiques sur l'imprégnabilité. De plus, il existe peu de données expérimentales relatives à cette propriété physique du bois de Douglas destiné au déroulage.

Au terme de cette étude nous voudrions en récapituler les points forts en insistant sur la démarche suivante :

1. L'étude expérimentale menée sur du Douglas vert nous à permis:

- De confirmer, dans un premier temps, les difficultés d'imprégnation du duramen de douglas à l'état naturel. L'aubier naturellement humide s'imprègne d'avantage portant ainsi son humidité absolue dans des domaines proches de la saturation. Le duramen, qui lui aussi, est imprégnable dans les mêmes proportions que l'aubier, n'arrive pas à combler son retard, le rendant ainsi impropre à l'opération de déroulage. On parle souvent de mauvaise imprégnabilité du duramen que nous avons

pu vérifier dans le cadre de la présente étude qui a pour objectif principal de mieux comprendre ce qui pouvait freiner l'imprégnabilité du duramen du Douglas.

- En deuxième lieu, nous avons mis en évidence les paramètres qui peuvent être à l'origine de cette hétérogénéité de répartition d'humidité naturelle entre le bois d'aubier et le bois de duramen de Douglas, à savoir les paramètres chimiques ou anatomiques.

Les analyses chimiques ont montré qu'il y a une légère différence entre aubier et duramen quant à la composition en holocellulose et lignine et presque les mêmes composés volatils mais en concentration beaucoup plus faible dans l'aubier que dans le duramen. D'après les résultats de ces analyses, la composante chimique semble contribuer d'une manière prépondérante dans la limitation de l'imprégnabilité du duramen du Douglas à l'état vert.

Les observation anatomiques à l'aide de microscope éléctronique à balayage environnemental ont revelé des informations pertinentes sur les ponctuations aréolées. Le taux de ces ponctuations semble plus élevé dans l'aubier que dans le duramen.

2. Les essais de trempage – imprégnation réalisés afin d'améliorer l'imprégnabilité du duramen du Douglas nous ont permis de vérifier la grande difficulté qui existe pour faire pénétrer de l'eau dans ce type de bois.

- Nous avons constaté une évolution de l'imprégnabilité avec la température et le temps de traitement. Parmi les procédures testées, c'est la procédure «chaud/froid » qui a donné le taux d'humidité le plus élevé aux extrémités des éprouvettes étudiées.
- Grâce aux tensio-actifs, nous avons réussi à rendre mouillable le duramen de Douglas. Ces produits abaissent la tension superficielle du liquide mais n'en améliore pas l'imprégnabilité du duramen.
- L'utilisation d'ultrason a amélioré sensiblement la profondeur de pénétration de l'eau sur de trop faibles longueurs seulement et uniquement à proximité des surfaces exposées aux ondes.

3. A l'échelle de paillasse, le traitement par séchage s'est révélé très prometteur. Nous avons montré qu'après un séchage thermique ou sous vide, le duramen devient imprégnable, atteignant ainsi une humidité significativement supérieure à l'humidité de saturation des fibres.

- Le séchage favorise aussi l'imprégnabilité transversale, plus particulièrement dans la direction radiale.
- L'imprégnation est beaucoup plus importante dans la direction longitudinale que transversale (radiale ou tangentielle). Ce sens d'imprégnation privilégie significativement l'imprégnabilité du bois sec.
- La vitesse moyenne maximale d'imprégnation dans la direction axiale est 7 fois plus importante que la vitesse moyenne d'imprégnation radiale. La vitesse moyenne maximale d'imprégnation dans la direction axiale est 8 fois plus importante que la vitesse moyenne d'imprégnation tangentielle.

4. Les observations par microscopie confocale à balayage laser (CLSM) ont montré que le processus de séchage à 103°C, génère des micro-fissures dans les parois cellulaires des ponctuations. Le CLSM révèle le positionnement en semi-ouvert des torus dans les ponctuations. Cette position semi-ouverte des torus, ainsi que l'apparition de fissures générées par le séchage favorisent le passage de l'eau à travers les ponctuations aréolées du duramen.

5. La transposition des traitements à l'échelle industrielle sur des billons de 50 cm de longueur et 20 cm de diamètre a montré l'efficacité du séchage préalable sur la capacité du bois d'être pénétré par l'eau.

- Cette amélioration d'imprégnabilité reste très hétérogène et insuffisante pour améliorer significativement la qualité des placages obtenus par déroulage semi-industriel.
- Les taux d'humidité mesurés sur disque ou par tomographie à rayons X confirme la persistance de l'hétérogénéité de la répartition d'humidité sur toutes les modalités d'expériences réalisées.
- Une différence très nette entre les deux échelles de mesure quant aux vitesses d'imprégnation moyennes et maximales enregistrées, à savoir à l'échelle de paillasse sur des échantillons de 20 x 20 x (2, 4 et 6) cm^3 en RTL (chapitre IV) ou à l'échelle industrielle sur des billons de 20 cm de diamètre et de 50 cm de longueur.

6. Les essais de déroulage réalisés sur les billons issus des différentes modalités étudiées n'ont montré aucune différence de comportement aussi bien en termes d'efforts de coupe qu'en qualité des placages obtenus. Nous avons même enregistré la faible résistance des billons séchés thermiquement aux efforts de coupes, ils se sont effondrés sur la dérouleuse. Le

séchage, si ce n'est pas prometteur pour les dérouleurs à cause de la longueur du processus et des effets déstructurant qui peut infliger au bois, ça pourrait être pour les industriels de la préservation.

Cette étude nous a permis de confirmer l'hypothèse de départ concernant les problèmes d'imprégnabilité du bois de duramen de Douglas qui sont à la fois chimiques, physiques et anatomiques. Le séchage préalable a donné des bons résultats quant à l'amélioration de l'humidité absolue, mais beaucoup moins bon sur l'homogénéité de répartition de cette humidité entre le cœur et la périphérie du bois. Une étude complète sur les conditions de séchage pourra éventuellement influencer l'imprégnabilité du bois via l'ouverture des nouvelles conduites pour la circulation de l'eau, les industriels de préservation pourront en profiter.

La voie chimique (analyses chimiques et moléculaires) malgré qu'elle n'a pas fourni une réponse claire quant à l'amélioration de l'imprégnabilité. Elle reste, cependant, une voie intéressante à exploiter afin de mettre en évidence le rôle des extraits intrinsèques du bois dans la modification du bilan énergétique de la surface, surtout lors de la duraminisation.

Approfondir les recherches sur les ultrasons afin de trouver comment crée une cavitation qui détruirait les torus des ponctuations en profondeur du bois pourrait être un axe important. Avec une machine à ultrasons qui puisse couvrir une plage assez large de fréquences et de puissance aidera à trouver les conditions optimales à l'apparition de la cavitation.

On peut également s'orienter vers d'autres études déjà menées où l'on faisait intervenir des bactéries qui avaient pour unique rôle de détruire les torus.

La voie génétique pourrait aussi ramener des solutions au problème du déroulage à travers une sélection et multiplication des sujets montrant un bon comportement au déroulage. D'après certains dérouleurs, il arrive de temps à autre de dérouler du Douglas sans aucun problème particulier avec des bonnes qualités de placage.

De nombreuses recherches devront donc encore être réalisées pour trouver une solution industrialisable pour améliorer la perméabilité du duramen de Douglas.

Bibliographie

Adolf FP. 1975. Über eine enzymatische Vorbehandlung von Nadelholz zur Verbesserung der Wegsamkeit.Holzforschung, 29, 181-186.

Agoua F. **2001**. « Diffusivité et perméabilité du bois », thèse en sciences forestières et du bois, ENGREF-Nancy.

Almeida G., Leclerc S., Perré P. 2007. « NMR Imaging of Fluid pathways during drainage of Softwood In a pressure membrane chamber». International Journal of Multiphase flow 34 (2008), 312-321.

Andoh M., Takahashi N., Yoshizawa N. 1999. Rupture of pit membranes and quality improvement in sugi logs by a smoke-heating system with increased radiation of far-infrared rays. Mokuzai Gakkaishi 42, 845 – 853.

Austria R., Semenzato A., Bettero A. 1997. Stability of vitamin C derivatives in solution and topical formulations. J Pharm Biomed Anal. 15, 785-801.

Avramidis S. 1998. Experiments on the effect of ultrasonic energy on the absorption of preservatives by wood. Wood Fiber Sci., 20(3): 397-403.

Baldwin RF. 1981. "Plywood manufacturing practices". Miller Freeman Publications Inc; 326p.

Bamber R.K. 1972. "The Formation and Perméability of Interstitial Spaces in The Sapwood of Some Pinus species". Wood Technology, Forest Commision of N.S.W.

Banks WB. 1970. Somes factors affecting the permeability of scots pine and Norway spruce. Journal of the Institute of Wood Sciences. Vol. 5(1). Pp. 10-17.

Bannan MW. 1965. The length, tangential diameter and length/width ratio of conifer tracheids. Canadian Journal of Botany, 43: 967–984.

Bao X, Liu C., Fang J., Li X. 2001. Structural and immunological studies of a major polysaccharide from spores of Ganoderma lucidum (Fr.) Karst. Carbohydr Res. 2001;332:67–74.

Bary-Lenger A., De Ryck M., Sengier M. 1993. Contribution à la typologie des peuplements (ENGREF, Ecole nationale du génie rural, des eaux et des forêts, Nancy (FRA).

Bary-Lenger A., Pierson J., Poncelet J. 1999. Transformation, utilisation et industries du bois en Europe. Editions du Perron, Alleur Liège : pp 560.

Bauch J., Liese W. 1966. Uber die axiale Wegsamkeit von saftfrischem Tannenund Fichten-Splintholz fur organische losungsmittel. Holzforschung, 20 (6): 169-174.

Bauch J., Liese W., Berndt H. 1970. Biological investigations for the improvement of the permeability of softwoods. Holzforschung, 24, 199-205.

Bolton AJ., Petty JA. 1975. Structure components influencing the permeability of ponded and unponded Sitka spruce. Journal of Microscopy 104 (1):33-46.

Bolton AJ., Petty JA. 1977a. Variation of susceptibility to aspiration of bordered pits in conifer wood. Ournal of expér imental Botany, 28 (105):935-941.

Bolton AJ., Petty JA. 1977b. Influence of critical point drying and solvent exchange drying on the gas permeability of conifer sapwood. Wood Sciences, 9 (4): 187-193.

Bolton AJ., Petty, JA. 1978. "A model describing axial flow of liquids through conifer wood". Wood Science and Technology, 12: 37-38.

Bramhall G., Wilson JW. 1971a. Axial gas permeability of Douglas-fir microsections dried by various techniques, Wood Science, 3 (4), 223-230.

Bramhall G. 1971b. The validity of Darcy's law in the axial penetration of wood, Wood Science and Technology, 5, 121-134.

Burdell CA., Barnett JH. 1969. Pilot plant evaluation of shock-wave pressure treatments. Proceedings of the American Wood Preservers' Association, pp. 174-189.

Chalk L., Bigg JM. 1956. "The distribution of moisture in the living stem in Sitka spruce and Douglas-fir". Forestry; 29, 1: 5-21.

Chen PYS., Simpson WT. 1992. Effects of ultrasonic cavitation on rate of heat propagation and longitudinal permeability of three U.S. hardwoods. Forest Product Journal. Vol.42, n° 4**.**

Choong ET., Mc Millin CW., Tesoro FO. 1975. Effect of surface preparation on gas permeability of wood. Wood Sciences and Technology, 7 (4): 319-322.

Christophe DJ. 2006. Bordred pit structure and function determine spatial patterns of air-seeding thresholds in xylem of douglas-fir (pseudotsuga menziesii; pinaceae) Trees. American Journal of Botany 93(11): 1588–1600.

Clair. 2010. Le Douglas un arbre exceptionnel. p. 284

Cochard H. 1992. Vulnerability of several conifers to air embolism. Tree Physiology 11: 73-83.

Cochard H., Lemoine D., Dreyer E. 1999. The effects of acclimatization to sunlight on the xylem vulnerability to embolism in Fagus sylvatica L. Plant, Cell & Environment, 22: 101–108.

Comstock GL. 1965. "Longitudinal permeability of green Eastern hemlock". Forest Products Journal, 15 (10): 441-449.

Comstock GL. 1968. Relationship between permeability of green and dry eastern hemlock. Forest Product Journal, 18 (8):20-23.

Coté WA Jr. 1963. "Structural factors affecting the permeability of wood". Journal of Polymer Science, Part C2: 231-242.

Crown DJ. 1992. New Zela-fir sutabilty for processing. Part three- The wood quality of Douglas-fir, a review, FRI Bull. 168 ,74.

Daniel G., Singh AP., Nilsson T. 1996. Ultrastructural and immunocytochemical studies on the indow and bordered pit membranes of Pinus sylvestris L. In L. A.

DeGroot R. C., Scheld H W. (1971). Biodegradability of sapwood from southern pine logs stored under a continuous water spray. Forest Products Journal, 21, 553-555.

DeGroot R C. 1973. Permeability of sapwood in longleaf pine logs stored under continuous water spray. Forest Products Journal, 23, 43-46.

DeGroot RC., Sachs IB. 1976. Permeability, enzyme activity and pit membrane structure of stored southern pine. Wood Science, 9, 89-96.

Deliski. 1979. "Berechnung der instationaren Temperaturverteilung im Holz bei Erwarmung durch Warmeleitung teil2: Entwurf einer Technologiezum intensive Dampfen von Holz". Holtz als Roh-und Werkstoff, vol.37: pp 143-148.

Dettre R., Johnson R. 1964. Contact angle wetability and adhesion, advances in chemical series, 43, 136-144.

Domec JC., Lachenbruch B., Meinzer FC. 2006. Bordered pit structure and function determine spatial patterns of air-seeding thresholds in xylem of Douglas-fir (Pseudotsuga menziesii; Pinaceae) trees. American Journal of Botany, 93: 1588–1600.

Dupleixi A., De Sousa Meneses D., Hughes M., Marchal R. 2012c. Mid infrared absorption properties of green wood. Wood Sci Technol, DOI 10.1007/s00226-013-0572-5.

Elaieb M.T., **Marchal R., Petrissans M**. **2012**. Improvement of Douglas-fir heartwood impregnability to water. IUFRO – All-Division 5 Conference Estoril, Portugal 8 – 13 July. PP 219.

El Haouzali H. 2006. Déroulage du peuplier: effets cultivars et stations sur la qualité des produits dérivés. Thèse de Doctorat de ENSAM - Cluny.pp 210.

Efransjah F., Kilbrtus G., Bucur V. 1989. Impact of water storage on mecanical properties of spruce as detected by ultrasonics. Wood Sci, Technol., N° 1, p. 35-42.

Ellwood EL., Ecklund EA. 1959. "Bacterial attack of pine logs in pond storage". Forest Products Journal, 9, 283-292.

Feihl O. 1972. "Heating frozen and non frozen veneer logs". Forest Products Journal, vol.22, n°10: pp 41-50.

Feuillat F. 1996. Contribution à l'étude des phénomènes d'échanges bois/vin/atmosphère à l'aide d'un "fût" modèle : relations avec l'anatomie du bois de chêne.Thèse soutenue le 12 décembre 1996. 396 p.

Filipovici J. 1965. « Détermination des paramètres de chauffage des grumes de hêtre ». Industria Lemnulvi, Institut Polytechnique de Brasov, avril (traduction CTBA : doc. PLACOS 864, juillet 1972).

Fleischer, HO. 1959. "Heatingrates for logs, bolts and flitches to be cut into veneer". Forest Products Laboratory, rapport n°2149 (traduction CTBA: doc.PLACOS, 859, Février 1972).

Fogarty WM., Ward O P. 1972. Enzyme production by bacteria isolated from waterstored Sitka spruce *(Picea sitchensis)*. *Journal of Applied Bacteriology, 35*, 685-689.

Fournier F. 1976. « Diffusion de l'humidité dans le bois de 20°C a 95°C en fonction de son état d'absorption ». Note de recherche n°16 du département d'exploitation et utilisation des bois, Université Laval, Québec, 57p.

Fredrick JR. 1965. Ultrasonic Engineering. John Willy and Sons, Inc

Freyburger C., Longuetaud F,. Mothe F., Constant T., Leban JM. 2009. Measuring wood density by means of X-ray computer tomography. Annals of Forrest Science 66 (8), 804.

George P., Miller DG. 1970. "Detection of roughness in moving Douglas-fir". For. Prod.J., 20, 7: 53-59. Paper prepared for the 42^{sd} Annual Meeting Queenstown, New Zealand, 8-12 May 2011.

George P., Miller DG. 1990. "Detection of roughness in moving Douglas-fir". For. Prod. J. 20; 1970: 7, 53-59.

Gerhards CC. 1982. "Effect of moisture content and temperature on the mechanical properties of wood: an analysis of immediate effects". Wood and fiber, vol14, n°1: pp4-36.

Ghazil S. 2010. Etude de la migration des fluides dans le bois. Thèse de Doctorat de l'Université Henri Poincaré, Nancy-1.pp 22

Gourvet. T, 2009. Mémoire de fin d'études LaBoMaP - ENSAM Cluny 2009: Amélioration de la perméabilité de duramen du Douglas.

Grimhall C.G, Hoel, O. 1983. Method of slicing veneer U.S. Patent No.4,516,614. Filed June 3, 1983, and issued May 14, 1985.

Hansmann C., Wolfgang G., Wimmer R., Teischinger A. 2002. Permeability of wood. Wood Research – Drevarsky Vyskum. 47 (4): 1-16.

Harrington JJ. 1999. «Communication personnelle ». Copyright University of Canterbury.

Hecker M. 1995. "Peeled veneer from Douglas-fir. Influence of round wood storage, cooking and peeling temperature on surface roughness". Proceedings of 12th International Wood Machining Seminar, October 2-4, Kyoto, pp: 92- 101.

Hekkou M. 2008. Procédé de traitement thermique du bois, évolution de la composition chimique et des propriétés macroscopiques. Identification d'un paramètre de contrôle de la durabilité. Thèse de Doctorat de 'Université Henri Poincaré Nancy-1.

Hergt HFA., Christensen GN. 1972. "Capillary absorption by wood related to surface properties". Hotzforshung, vol.26, n°1: pp 26-31.

Hossfeld R. 1972. "The effect of degree of swelling of wood on its permeability to liquids". Hotzforshung, vol.26, n°2: pp 70-75.

Jacquiot C., Trénard Y., Dirol D. 1973. « Atlas d'anatomie des angiospermes (essences feuillus) » CTB, Tome 1, Paris.

Karimi MA. 1995. "Caractérisation microscopique et macroscopique de l'écoulement dans le hêtre, interprétation à l'aide d'un modèle de percolation. ENGREF- Nancy.

Keller R., 1994. "Le bois Matériaux d'ingénierie. Chap 1: La constitution du bois. A.R.B.O.L.O.R.

Kivimaak E. 1950. "Cutting force in wood working". The State Institute for Technical Reseach, Helsinki: 101p.

Kobayashi, Y., Iida, I., Imamura, Y., Watanabe, U. 1998. Drying and anatomical characteristics of sugi wood attacked by bacteria during pond storage. Journal of Wood Science, 44, 432-437.

Kollmann FP., Côté WA. 1984. Principles of wood science and technology. (vol I : Solid Wood),1984.

Kollmann FP., Coté WA. 1968. "Principle of wood science and technology". I: solid wood. Springler-Verlag, p:592.

Kollmann FP., Kuenzi W., Stamm AJ. 1975. "Principle of wood sciences and technology II". Wood based materials. Springer-Verlag, 703 p.

Kreber B., Fernandez M., McDonald AG. 1998. Migration of kiln brown stain precursors during the drying of radiata pine sapwood. Holzforschung 52:441–446

Kubinsky E., Sodor M. 1968. New softening treatment for beech logs before rotary peeling to veneers. Forest Products Journal. Vol.18 n°3, pp 19-21.

Kubler H. 1977. "Formation of checks in tree stems during heating".Forest Products Journal, vol.18 n°3: pp 19-21.

Kulmann. 1962. "Heat consumption and heat balances for the steaming of gaboon peeler logs". Holz als Roh- und werkstoff, vol.20, n° 6: pp 224-235(Traduction CTBA n°1828).

Ladislav R., Milos P. 2008. Bio-treatment of spruce wood for improving of its permeability and soacking. Part 2: Direct treatment with the fungus Trichoderma Viride.

Lamy J.B. 2012. Résistance à la cavitation : Des mécanismes physiologiques à la génétique évolutive. Thèse proposée par l'Université de Baurdeaux I .pp.8.

Levy JF. 1975. Bacteria associated with wood in ground contact. In W. Liese (Ed.). Biological Transformation of Wood by Microorganisms (pp. 64-73). Berlin, Springer.

Liese W., Bauch J. 1967. «On the closure of bordered pits in conifers". Wood Science and Technology, 1(1): 1-13.

Liese W., Karnop G. 1968. Über den Befall von Nadelholz durch Bakterien. Holz als Roh- und Wekstoff, 26, 202-208

Liese W., Schmidt O., Schmitt U. 1995. On the behaviour of hardwood pits towards bacteria during water storage. Holzforschung, 49, 389-393.

Lindgren LO. 1991. Medical CAT-scanning: X-ray absorption coefficients, CT-numbers

and their relation to wood density. Wood Science and Technology 25, 341-349.

Liptakova E., Kudela J. 1994. Analyses of the wood wetting process. Holzforschung. 48, 139-144

L.P.F.E (Laboratoire des Produits Forestiers de l'Est), 1973. Le chauffage des bois. LPFE, Otawa, 20p. 4 annexes.

Lutz JF. 1974. "Techniques for peeling, slicing and drying veneer". Forest Products Laboratory, Madison, 63p.

Makoviny I., Zemiar J. 2004. Heating of wood surface layers by infrared and microwave radiation. Wood research 49 (4): 33 – 40.

Marchal R. 1983. Intérêt de la prise en compte de caractéristiques physiques et anatomiques simples du bois de chêne pur l'appréciation de la qualité des placages d'ébénisterie, DEA Sciences du Bois, INLP, Nancy, 105p.

Marchal R. 1989. Valorisation par tranchage et déroulage des bois de chênes méditerranéens. Thèse de Doctorat présentée à l'institut National Polytechnique de Lorraine. 242 p.

Marchal R., Jullien D., Mothe F., Thibaut B. 1993. Mechanical aspects of heating wood in rotary veneer cutting. Proceedings of the 11th International Wood Machining Seminar, May 25-27, 1993, HONNE (Norway), 257-278.

Marchetti V. 1998. Méthodologie de transformation chimique du bois: Etude des propriétés des nouveaux matériaux modifies. Doctorat de l'université Henri Poincaré Nancy 1, spécialité sciences du bois.

Marcok M., Kurjatko S. 1987. Aplikacia ultrazvukovych cln pri transporte Kavapalin cez drevo. (Aplication of ultrasonics waves for transport of liquids through the wood). Monograph VPA 1987/3, Technical University in Zvolen, 95p.

Mason TJ., Paniwnyk L., Lorimer JP. 1996. The use of ultrasound in food technology. Ultrasonics Sonochem, 3: S253-S260.

Matsumura J, Tsutsumi J, Oda K. 1995. Relationships of bordered pit aspiration occurring during drying longitudinal gas permeability in karamatsu (Larix leptolepis) woods natural- and freeze-dried (in Japanese). Mokuzai Gakkaishi 41:433–439.

Matsumura J., Booker RE., Donaldson LA., Ridoutt BG. 1998. "Impreniation of Radiata Pine wood by vaccum treatment: Identification of flow paths using fluorescent dye and confocal microscopy". Iawa Journal. 19 (1): 25-33.

Matsumura J.,·Yamasaki Y., ·Oda K., Fujisawa Y. 2005. "Profile of bordered pit aspiration in Cryptomeria japonica using confocal laser scanning microscopy: pit aspiration and heartwood color". J Wood Sci (2005); 51:328–333.

Mc Lean. 1946. "Temperatures obtained in timbers when the surface temperature is changed after various periods of heating". Rapport R1609, Forest Products Laboratory, 30p : +15p, annexes.

Meyer RW. 1974. Effect of enzyme treatment on bordered pit ultrastructure, permeability and toughness of the sapwood of three Western conifers. Wood Science, 6, 220-230.

Meyer RW. 1971. Influence of pit aspiration on earlywood permeability of Douglas-fir. Wood and fiber. Vol 2: pp328-339

Milota MR., Tschernitz JL., Verrill SP., Mianowski T. 1995. Gas permeability of plantation loblolly pine. Wood and Fiber Science, vol 27 (1): pp34-40.

Militz H. 1993. Der Einfl uss enzymatischer Behandlungen auf die Tränkbarkeit kleiner Fichtenproben. Holz als Roh-und Werkstoff,51, 135-142.

Militz H., Homan W J. 1993. Vorbehandlung von Fichtenholz mit Chemikalien mit dem Ziel der Verbesserung der Imprägnierbarkeit, Holz Roh u. Werkstoff, 51, (1): 14-20.

Mothe F. 1988. « Aptitude au déroulage du bois de douglas. Conséquences de l'hétérogénéité du bois sur la qualité des placages ». Thèse INPL en sciences du bois, 170p.

Mothe F. 1990. Evaluation de la qualité d'un placage déroulé application au cas de l'Epicéa. Actes de 3^{éme} colloque des Sciences Industrie du Bois. 14- 15 Mai 1990, Bordeau, pp 83-92.

Mothe F. 1994. "Suitability for rotary cutting and plywood production of pruned Norway spruce and Douglas-fir in connection with ring width. EEC Forest Project "Silvicultural control and non-destructive assessment of plantation grown Spruces and Douglas-fir", Final report of task 9, p: 31.

Mothe F., Marchal R., Tatischeff W. 2000. «Sécheresse à Cœur du Douglas et aptitude au déroulage: recherche de procédés alternatifs d'étuvage. Répartition de l'eau dans le bois vert et réhumidification sous autoclave ». Ann. For. Sci., 57 : 219 – 228.

Movassaghi E.1985. Influence des paramètres microdensitométriques du Bois, sur les efforts de coupe et la qualité des placages de Douglas et de Châtigner obtenus par déroulage. Thèse de Doctorat, INLP, Nancy, 181p.

Movassaghi, Mothe F., Thibaut B. 1986. « Etude de faisabilité du déroulage de brins de taillis de châtaignier ». Rapport de contrat avec société ROLUSTL, Montpellier, 30 p+6 annexes.

Murmanis, I., Chudnoff, M., 1979. "Lateral flow in beech and birch as revealed by the electron microscope", Wood Science and Tecnology, 13: 79-87.

Nepveu G. 1994a. Chapitre IV : Variabilité. In: A.R.BO.LOR. (Ed.), Le Bois Matériau

d'Ingénierie, pp. 127-182.

Nicholas DD., Thomas RJ. 1968. The influence of enzymes in the structure and permeability of Loblolly pine. American Wood Preservers Association, 64, 70-76.

Outahyon A. 2008. Influence de paramètres d'usinage et de stockage sur les propriétés fonctionnelles des surfaces de bois de Douglas. Thèses de Doctorat de l'Ecole National Supérieur d'Arts et Métiers. N°: 2008 ENSAM 0041.

Palka LC. 1973. "Predicting the effect of specific gravity moisture content, temperature and stain rate on the elastic properties of softwoods". Wood science and technique, vol.7: pp127-141.

Panek M, Reinprecht L. 2008. "Bio-treatment of spruce wood for improving of its permeability and soaking". Wood research, 53 (3):1-8.

Panshin, AJ., de Zeeuw, C. 1970. Textbook of wood technology. New York, NY, USA: McGraw-Hill.

Petty JA. 1978b. Effects of solvent-exchange drying and filtration on the absorption of petroleum distillate by spruce wood. Holzforschung, 32 (2): 52- 55.

Perré P., Karimi A .2002 . Fluid migration in two species of beech (Fagus silvatica orientalis): A percolation modelable to account for macroscopic measurements and anatomical observations. Maderas, Cienc. Technol. 4 (1): 50 – 68.

Pittermann J., Sperry JS., Hacke UG., Wheeler JK., Sikkema EH. 2006a. Inter-tracheid pitting and the hydraulic efficiency of conifer wood: the role of tracheid allometry and cavitation protection. American Journal of Botan. 93: 1265–1273.

Pittermann J, Sperry JS, Wheeler JK, Hacke UG, Sikkema EH. 2006b. Mechanical reinforcement of tracheids compromises the hydraulic efficiency of conifer xylem. Plant, Cell & Environment, 29: 1618–1628.

Polge H. 1963. Contribution à l'étude de la qualité du bois des principales essences résineuses exotiques dans le reboisement français. Annales de l'Ecole Nationale des Eaux et Forêts. Vol 20, n°3, pp. 404-469.

Polge H. 1982. « Quelques observations sur les fissures radiales dans le bois de Douglas ». Ann. Sci. For., 39: 399-406.

Potter BE., Andresen JA. 2010. A finite –difference model of temptures and heat flow within a tree stum. Revue Candienne de Recherche Forrestuiere, 32, 548 – 555.

Quéméré Y.1982. Mesure ponctuelle de l'humidité du bois. Holzforschung, vol, 36, n°6, pp: 287 – 294.

Rapp AO., Sailer M., Peek RD. 2000. Innovate Holzvergutung zur Erhohung der Dauerhaftigkeit. Mitteilungen der Bundesforschungsanstalt fur Forst- und Holzzwirtschaft. Hamburg. (200): 27 – 34.

Rémy C. 2010. Le Douglas un arbre exceptionnel. p284.

Resch H., Ecklund BA. 1964. Permeabi1ity of wood exemplified by studies on redwood,

Forest Product Journal, 14(5), 199-206.

Robert D., Catesson AM. 1990. Organization végétative. Editeur Doin, volume 2 de biologie végétale. 256pp.

Rosen HN. 1976. "Exponential dependency of the moisture diffusion coefficient on moisture content". Wood science, vol.8, n°3: pp 174-179.

Rosner AJ., Messner K., Tucker E., Bruce A. 1998. Improved preservative penetration of spruce after pre-treatment with selected fungi. I. Fungal pretreatment of pole sections. IRG/WP/98-40117, 14 pp.

Rundel PW., Stecker, RE. 1977. Morphological adaptations of tracheid structure to water stress gradients in the crown of Sequoiadendron giganteum. Oecologia, 27: 135–139.

Sachsse H., Roffael E. 1993. «Untersuchung des Schälfurnier- Eignung von in Deutschland erwachsenem Douglasienholz». Holz als Roh- und Werkstoff, 51:167-176.

Saiki H. 1982. "The Structure of Domestic and Imported Woods in Japan, An Atlas of Scanning Electron Micrographs". Japan Forest Technical Association.

Saka S. 2001. Chemical Composition and Distribution. Wood and cellulosic chemistry edited by David N.-S. Hon Clemson University Clemson, South Carolina Nobuo, Shiraishi Kyoto University Kyoto, Japan: 51 - 81

Scheepers G., Morén T., Rypstra T. 2007. Liquid water flow in Pinus radiata during drying. Holz Roh- Werkst 65: 275-283

Schwarze. 2007. "Wood decay under the microscope". Fungal Biology Reviews, 21; 133-170

Sheikh AA., Chun Su Kyoung. 2009. Observation of liquid permeability to anatomical characteristics in Samanea saman. Turk J Agric For 33 (2009) 155 – 163.

Sheikh AA., Chun Su Kyoung., Regis B. Miller., Song Ho Chong., Ae Ju Kim. 2011. Liquid penetration in different in different cells of two hard wood species. The japan Wood Research Society (2011) 57: 179 – 188.

Siau JF. 1984. "Transport process in wood". Spring-Verlag New York, 245 p.

Siau JF. 1995. Wood: Influence of moisture on physical properties. Virginia Polytechnic Institute and State University, Pp. 39-58.

Simpson WT. 1976. "Effect of presteaming on moisture gradient of nothern red oad during drying". Wood science, vol.8, n°4: pp 272-276.

Singh AP., Gallager SS., Schmitt U., Dawson BS., Kim YS. 1998. Ponding of radiate pine. The effect of ponding on coating penetration into wood. In: International Research Group on Wood Preservation, Document N° IRG/ZP/98 – 10249.

Singh AP., Schmitt U., Kim Y.S., Dawson BSW. 2000. The knowledge of wood structure critical to understanding process performance. In Y. S. Kim (Ed.). New Horizons in Wood Anatomy (pp. 306-314). Kwangju, South Korea: Chonnam National University Press.

Soloff RS. 1964. Sonic drying. J. Acoust. Soc. Am, 36(5): 961-965.

Sperry JS, Tyree MT. 1990. Water-stress-induced xylem embolism in three species of conifers. Plant, Cell & Environment, 13: 427–436.

Stamm AJ. 1959. Bound water diffusion into wood in the fiber direction, Forest Product Journal, 9(1), 27-32.

Stamm AJ. 1973. "Penetration of hardwoods by liquids". Wood science and technology, vol.7: pp 285-296.

Strullu DG. 1974. « Etude morphologique et essai d'interprétation de déformation chez Pseudotsuga menziesii, Picea sitchensis et Abies grandis ». Revue forestière française, Tome XXV, n° 1, pp: 28-31.

Sucoff EI., Chen PYS., Hossfeld RL. 1965. Permeability of unseasoned xylem of northern white cedar, Forest Product Journal, 15 (8), 321-324.

Takano T., Kinoshita N. 1992. "The effect of annual ring and moisture content on veneer quality in soft wood peeling". Wood Ind., 47; 1: 14-19.

Tanaka T., Avramidis S., Shida S. **2010**. A preliminary study on ultrasonic treatment effect on transverse wood permeability. Maderas CIENCIA Y TECNOLOGIA, 12(1):3-9.

Teischinger A., Krenn K. 1985."Das Holz von in Osterreich gewachsener Douglasie, Hozforshung-und-Holzverwertung, 37, 4:61-67.

Terziev N. 1995. Migration of low-molecular sugars and nitrogen in Pinus sylvestris L. during kiln and air drying. Holzforschung 49 (6):565–574

Thibaut B. 1988. « Le processus de coupe du bois par déroulage ». Thèse d'état en Sciences, Université des Sciences et Techniques du Languedoc, Montpellier: p. 354.

Thivolle-Cazat, A. 2004. "AFOCEL, Le Douglas en France: Une ressource en pleine expansion (en ligne) ». (Réf. Du 10 juin 2006). Disponible sur « http://www.afocel.fr/ForetCultiveeDouglas.htm.

Thomas RJ., Kringstad KP. 1971. The role of hydrogen bonding in pit as Piration. Holzforschung 25 (5): 143-149.

Timmons TK., Meyer JA., Coté WA. 1971. Polymer location in the wood-polymer composite. Wood Sci, 4, 13-24.

Torgovnikov G., Vinden. **2009**. High - intensity microwave wood modification for increasing permeability. Forest Prod.J. 59 (4): 84-92.

Tschernitz JL. 1973. Enzyme mixture improves creosote treatment of kiln-dried Rocky Mountain Douglas-fir. Forest Products Journal, 23, 30-38.

Tyree MT, Sperry JS. 1989. Vulnerability of xylem to cavitation and embolism. Annual Review of Plant Physiology and Molecular Biology 40: 19-38.

Unligil HH. 1972. Penetrability and strength of wite spruce after ponding. Forest Product Journal 22 (9): 92-100.

USTA I., Guray A. 2001. The effect of wood specimen length on the proportional saturation of preservative fluid in Stika Spruce (picea sitchensis (Bong) Carr.) and corsican pine (pinus Nigra var. mantima). Turkish Journal of Agriculture and Forestery. Vol 25 (1), 1-4.

Villiere. 1963. « Le chauffage des bois ». L.P.F.E (Laboratoire des Produits Forestiers de l'Est, 1973, Ottawa : 20p, 4 annexes.

Vinden P., Torgovnikov G., Hann. 2011. Microwave modification of Radiata pine railway sleepers for preservative treatment. Eur. Wood Product, 69: 271 – 279.

Walinder M., Johasson I. 2001. Measurement of wood wettability by the Wilhelmy method. Part 1. Contamination of probe liquids by extractives. Holzforschung, 55: 21-32.

Walinder M., Ström G. 2001. Measurement of wood wettability by the Wilhelmy method. Part 2. Determination of apparent contact angles. Holzforschung, 55: 33-41.

Walsen DC. 1974. "Steam-injection knife improves veneer quality". Forest Products Journal, vol 24, n°9: pp 70-79.

Wardrop AB., Davies GW. 1961. "Morphological factors relating to the penetration of liquids into woods". Holzforschung, 15 (5): 129-141.

Watanabe U., Imamura Y., Iida I. 1998. Liquid penetration of precompressed wood Vh Anatomical characterization of pit fractures. The Japan Wood Research Society. J Wood Sci (1998) 44:158-162.

Wiedenbeck JK. 1990. Air permeability, shrinkage, and moisture sorption of lodge pole pine stemwood, Wood and Fiber Science, 22(3), 229-245.

Young T. 1805. An essay on cohesion of fluids. Philos. Trans. R. SC. London. 95: 65-87.

Zimmermann MH. 1983. Xylem structure and the ascent of sap. Spring Series in Wood Sciences.

http://www.tisgdv.de/tis_e/verpack/verpackungshandbuch/14verpackungshandbuch_05.htm

http//www.arte .com. Forêt de Douglas ou pin d'Oregon P 16

www.france-douglas.com, P17. bonne adaptation du Douglas en France

http://www.biologie.uni-hamburg.de/b-online/e06/hoftupf.htm. Détail d'une ponctuation aréolée, résineux/Douglas.P 36

http://www.france-douglas.com/2012-05-11-20-03-13/la-ressource/perspectives-de-recolte. P18. Production forestière nationale de bois d'œuvre.

http://www.inra.fr/var/dryade/storage/htmlarea/2789/carte_douglas_IFN_BON.jpg. Volume sur pied du Douglas par région forestière nationale (m^3/km^2). P21

http://www.biologie.uni-hamburg.de/b-online/e06/hoftupf.htm. Détail d'une ponctuation

http://www.snv.jussieu.fr/bmedia/bois/contreplaque.htm). Procédé de découpe d'une feuille de bois. P44

http://theses.ulaval.ca/archimede/fichiers/23336/ch02.html. Dérouleuse de bois : Emplacement du couteau et de la barre de pression. P45

http://www.golfe-bois.com/durabilite.php. Coupe transversale d'un bois résineux. P45

http://www.rolam.ro/fr/traitement-et-impregnationdu-bois. Imprégnation par autoclave

http://www. biocyclopedia.com, 2012. P61

http://www.tabsacoustic.com. P88

Annexes

Annexe 1: Rappels sur la mouillabilité

La mesure de la mouillabilité du bois reste une mesure délicate à mettre en œuvre. L'aspect hétérogène et le caractère poreux de ce matériau impliquent une dispersion importante de l'angle de contact qui caractérise tout mouillage. Le mouillage sur du bois peut-être accompagné par une pénétration du liquide test ce qui augmente la difficulté de la mesure (Liptakova et Kudela, 1994). On se retrouve également souvent face au problème de la contamination du liquide test par les extractibles durant la mesure (Walinder et Johansson, 2001). Ce dernier problème, qui concerne toutes les techniques de mesure, n'est pas vraiment résolu à ce jour.

La mouillabilité est, d'une manière générale, l'aptitude d'un liquide à mouiller ou non un solide. Au début du XIX^{ème} siècle, Young (1805), qui est le premier ayant introduit la notion de tension interfaciale, a publié un ensemble d'observations relatives à la forme d'une goutte posée sur un solide horizontal. Il en déduit l'existence d'un équilibre entre les tensions interfaciales séparant les trois corps (liquide-solide-gaz) (figure 1). Il fait ensuite le lien entre l'angle de contact θ (angle intérieur, compris entre le plan du solide et la tangente au point triple solide-liquide-gaz) et l'équilibre des tensions présenté dans la relation suivante :

$$\gamma_{sv} = \gamma_{sl} + \gamma_{lv} \cos\theta$$

oùγ_{sv} est la tension interfaciale solide-vapeur, γ_{sl} est la tension interfaciale solide-liquide et γ_{lv} est la tension interfaciale liquide-vapeur.

Bien que cette relation soit toujours d'actualité, son utilisation est en pratique très restreinte, puisqu'il est quasiment impossible de déterminer les tensions en surface du solide (γ_{sv} et γ_{sl}).

Reste cependant la notion d'angle de contact statique (θ) qui permet de qualifier la mouillabilité d'un solide vis à vis d'un liquide.

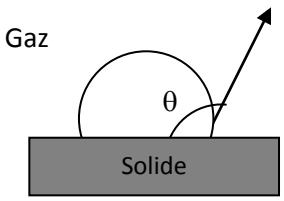


Figure 1 : Angle de contact d'une goutte posée sur un solide

Suivant la valeur de l'angle de contact, il est possible de définir trois états de mouillage :

- $\theta = 0°$, le mouillage est dit total, la goutte s'étale complètement en surface du solide.
- $\theta = 180°$, le mouillage est dit nul,la goutte n'est pas en contact direct avec la surface du solide, un film de phase gazeuse les sépare.
- $0 < \theta < 180°$, le mouillage est dit partiel.

En pratique, lorsqu'on veut déterminer la mouillabilité d'un solide on se trouve face à une faible reproductibilité de θ. La variation pouvant être égale à 30° pour un angle de contact statique de 90°. Cette dispersion dans les mesures est due en grande partie à l'hétérogénéité de surface du solide (rugosité et hétérogénéité chimique) ainsi qu'au mode de formation de la goutte en surface du solide. En fait, l'ensemble des angles de contact statiques mesurés correspond à un état d'équilibre métastable résultant de «l'histoire de la goutte» (lieu et mode de dépôt). Dans ces conditions, il devient difficile de déterminer une tendance d'évolution du mouillage sur un solide de qualité industrielle (rugosité, salissure) et seule l'utilisation d'un solide "idéal" (absence d'hétérogénéité) permet de travailler avec un angle de contact statique. Sur un solide réel, la dispersion maximale des mesures d'angles est appelée hystérésis de l'angle de contact. Cet écart sur l'angle est en fait borné par deux limites précises et parfaitement reproductibles. Les valeurs de ces deux bornes correspondent à deux angles de contact «dynamiques ». Les expériences dans ce domaine ont montré, qu'en formant la goutte par avancée du front de liquide en surface du solide, on obtenait toujours la même valeur de l'angle de contact appelé angle de contact à l'avancée θ_a. De la même façon, si l'on forme la goutte par recul du front de liquide, on obtient toujours le même angle appelé angle de contact au recul θ_r. Ces deux angles sont des angles de contact "dynamiques" et l'écart qui les sépare correspond à l'hystérésis. Cet écart, directement lié à l'état de surface du solide (rugosité, homogénéité chimique (Dettre et Johnson, 1964), est parfaitement reproductible sur n'importe quel solide réel (y compris sur le bois). Dans le cas d'un solide idéal, parfaitement homogène en surface, l'hystérésis est égale à zéro et les angles de contact statiques et dynamiques sont égaux. D'une façon générale l'ensemble des angles de contact statiques est compris entre θ_a et θ_r suivant la relation :

$$\theta_r < \theta < \theta_a$$

Comme on peut le constater, dans le cas d'un solide réel comme le bois, il est nécessaire de mesurer des angles de contact dynamiques si on veut éviter une trop forte dispersion des mesures.

Annexe 2: Chloroform-d, 99.8 atom % D | CDCl3 | Sigma-Aldrich

151823 ALDRICH

Chloroform-d

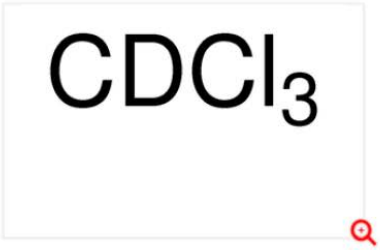
99.8 atom % D

Synonym: **Deuterochloroform**

FDS SIMILAR PRODUCTS

CAS Number 865-49-6 | Linear Formula $CDCl_3$ | Molecular Weight 120.38 | Beilstein Registry Number 1697633 |
EC Number 212-742-4 | MDL number MFCD00000827 | PubChem Substance ID 24849167 |

POPULAR DOCUMENTS: SPECIFICATION SHEET (PDF) | FTNMR (PDF)



Propriétés

Related Categories	Alphabetical Listings, C, Chloroform, Chloroform-d, NMR Solvents, Plus...
isotopic purity	99.8 atom % D
refractive index	*n*20/D 1.444(lit.)
bp	60.9 °C(lit.)
mp	−64 °C(lit.)
density	1.500 g/mL at 25 °C(lit.)
mass shift	M+1

Annexe 3: Tensioactif Brij 30 de chez Sigma Aldrich

Material Safety Data Sheet
Brij 30

ACC# 77850

Section 1 - Chemical Product and Company Identification

MSDS Name: Brij 30
Catalog Numbers: AC216720000, AC216720050, AC216725000
Synonyms: Polyoxyethylene(4) lauryl ether; Dodecyl tetraethylene glycol ether; Tetraethylene glycol dodecyl ether; Tetraethylene glycol lauryl ether; Tetraoxyethylene glycol monododecyl ether.
Company Identification:

Acros Organics N.V.
One Reagent Lane
Fair Lawn, NJ 07410

For information in North America, call: 800-ACROS-01
For emergencies in the US, call CHEMTREC: 800-424-9300

Section 2 - Composition, Information on Ingredients

CAS#	Chemical Name	Percent	EINECS/ELINCS
5274-68-0	Polyoxyethylene(4) lauryl ether	99	226-097-1
9002-92-0	Lauryl polyethylene glycol ether	99	unlisted
7732-18-5	Water	< 1	231-791-2

Section 3 - Hazards Identification

EMERGENCY OVERVIEW

Appearance: colorless to light yellow liquid.
Warning! Causes eye irritation. May cause skin irritation. May be harmful if swallowed.
Target Organs: Eyes, nervous system, skin.

Potential Health Effects
Eye: Causes severe eye irritation.
Skin: Causes moderate skin irritation. Prolonged or repeated contact may dry/defat the skin and cause irritation.
Ingestion: May be harmful if swallowed. Ingestion of ethoxylated lauryl alcohol has produced ulceration or bleeding from the stomach, fatty liver degeneration, flaccid paralysis without anesthesia, loss of muscular coordination, muscle weakness, and difficult breathing in animal studies.
Inhalation: Material has a low vapor pressure, so exposure to vapor is not likely.
Chronic: No information found.

Section 4 - First Aid Measures

Eyes: In case of contact, immediately flush eyes with plenty of water for a t least 15 minutes. Get medical aid.
Skin: In case of contact, flush skin with plenty of water. Remove contaminated clothing and shoes. Get medical aid if irritation develops and persists. Wash clothing before reuse.
Ingestion: If swallowed, do not induce vomiting unless directed to do so by medical personnel. Never give anything by mouth to an unconscious person. Get medical aid.

Inhalation: If inhaled, remove to fresh air. If not breathing, give artificial respiration. If breathing is difficult, give oxygen. Get medical aid.
Notes to Physician: Treat symptomatically and supportively.

Section 5 - Fire Fighting Measures

General Information: As in any fire, wear a self-contained breathing apparatus in pressure-demand, MSHA/NIOSH (approved or equivalent), and full protective gear.
Extinguishing Media: Use water spray, dry chemical, carbon dioxide, or appropriate foam.
Flash Point: > 149 deg C (> 300.20 deg F)
Autoignition Temperature: 320 deg C (608.00 deg F)
Explosion Limits, Lower: Not available.
Upper: Not available.
NFPA Rating: (estimated) Health: 2; Flammability: 1; Instability: 0

Section 6 - Accidental Release Measures

General Information: Use proper personal protective equipment as indicated in Section 8.
Spills/Leaks: Vacuum or sweep up material and place into a suitable disposal container. Clean up spills immediately, observing precautions in the Protective Equipment section. Avoid generating dusty conditions. Provide ventilation.

Section 7 - Handling and Storage

Handling: Wash thoroughly after handling. Use with adequate ventilation. Minimize dust generation and accumulation. Avoid contact with eyes, skin, and clothing. Keep container tightly closed. Avoid ingestion and inhalation.
Storage: Store in a tightly closed container. Store in a cool, dry, well-ventilated area away from incompatible substances. Store at room temperature.

Section 8 - Exposure Controls, Personal Protection

Engineering Controls: Facilities storing or utilizing this material should be equipped with an eyewash facility and a safety shower. Use adequate ventilation to keep airborne concentrations low.
Exposure Limits

Chemical Name	ACGIH	NIOSH	OSHA - Final PELs
Polyoxyethylene(4) lauryl ether	none listed	none listed	none listed
Lauryl polyethylene glycol ether	none listed	none listed	none listed
Water	none listed	none listed	none listed

OSHA Vacated PELs: Polyoxyethylene(4) lauryl ether: No OSHA Vacated PELs are listed for this chemical. Lauryl polyethylene glycol ether: No OSHA Vacated PELs are listed for this chemical. Water: No OSHA Vacated PELs are listed for this chemical.
Personal Protective Equipment
Eyes: Wear chemical splash goggles.
Skin: Wear appropriate protective gloves to prevent skin exposure.
Clothing: Wear appropriate protective clothing to prevent skin exposure.
Respirators: Follow the OSHA respirator regulations found in 29 CFR 1910.134 or European Standard EN 149. Use a NIOSH/MSHA or European Standard EN 149 approved respirator if exposure limits are

exceeded or if irritation or other symptoms are experienced.

Section 9 - Physical and Chemical Properties

Physical State: Liquid
Appearance: colorless to light yellow
Odor: pleasant odor
pH: Not available.
Vapor Pressure: Not available.
Vapor Density: 12.5
Evaporation Rate: Not available.
Viscosity: 30 mPas 25 deg C
Boiling Point: Not available.
Freezing/Melting Point:14 deg C
Decomposition Temperature: Not available.
Solubility: Miscible.
Specific Gravity/Density:.9500g/cm3
Molecular Formula:C20H42O5
Molecular Weight:362.54

Section 10 - Stability and Reactivity

Chemical Stability: Stable at room temperature in closed containers under normal storage and handling conditions.
Conditions to Avoid: Excess heat.
Incompatibilities with Other Materials: Strong oxidizing agents.
Hazardous Decomposition Products: Carbon monoxide, carbon dioxide.
Hazardous Polymerization: Has not been reported.

Section 11 - Toxicological Information

RTECS#:
CAS# 5274-68-0 unlisted.
CAS# 9002-92-0: JR5960000; JR5970000; JR5990000; MD0875000
CAS# 7732-18-5: ZC0110000
LD50/LC50:
Not available.

CAS# 9002-92-0:
Draize test, rabbit, eye: 10 mg;
Draize test, rabbit, eye: 100 mg;
Draize test, rabbit, eye: 750 ug/24H Severe;
Draize test, rabbit, skin: 100 mg;
Draize test, rabbit, skin: 500 mg/24H Mild;
Draize test, rabbit, skin: 75 mg/24H Mild;
Draize test, rabbit, skin: 500 mg/24H Moderate;
Oral, mouse: LD50 = 4940 mg/kg;
Oral, mouse: LD50 = 1170 mg/kg;
Oral, mouse: LD50 = 3500 mg/kg;
Oral, mouse: LD50 = 1170 mg/kg;
Oral, rat: LD50 = 8600 mg/kg;
Oral, rat: LD50 = 4150 mg/kg;
Oral, rat: LD50
CAS# 7732-18-5:

Oral, rat: LD50 = >90 mL/kg;

Carcinogenicity:
CAS# 5274-68-0: Not listed by ACGIH, IARC, NTP, or CA Prop 65.
CAS# 9002-92-0: Not listed by ACGIH, IARC, NTP, or CA Prop 65.
CAS# 7732-18-5: Not listed by ACGIH, IARC, NTP, or CA Prop 65.

Epidemiology: No information found
Teratogenicity: No information found
Reproductive Effects: No information found
Mutagenicity: See actual entry in RTECS for complete information.
Neurotoxicity: See actual entry in RTECS for complete information.
Other Studies:

Section 12 - Ecological Information

Ecotoxicity: No data available. No information available.
Environmental: No information found.
Physical: No information found.
Other: No information available.

Section 13 - Disposal Considerations

Chemical waste generators must determine whether a discarded chemical is classified as a hazardous waste. US EPA guidelines for the classification determination are listed in 40 CFR Parts 261.3. Additionally, waste generators must consult state and local hazardous waste regulations to ensure complete and accurate classification.
RCRA P-Series: None listed.
RCRA U-Series: None listed.

Section 14 - Transport Information

	US DOT	Canada TDG
Shipping Name:	Not regulated as a hazardous material	No information available.
Hazard Class:		
UN Number:		
Packing Group:		

Section 15 - Regulatory Information

US FEDERAL

TSCA
CAS# 5274-68-0 is listed on the TSCA inventory.
CAS# 9002-92-0 is listed on the TSCA inventory.
CAS# 7732-18-5 is listed on the TSCA inventory.
Health & Safety Reporting List
None of the chemicals are on the Health & Safety Reporting List.
Chemical Test Rules
None of the chemicals in this product are under a Chemical Test Rule.
Section 12b

Annexe 4: Tensio-actif TRITON SP-135 de chez Sigma Aldrich

Properties

Related Categories	Materials Science, Micro/NanoElectronics, Nonionic, Nonionic Surfactants, Polymer Additives, More...
extent of labeling	3.5 degree of ethoxylation
refractive index	*n*20/D 1.46(lit.)
pH	9 (5 wt. %)
viscosity	7 cSt(25 °C)(lit.)
bp	>200 °C(lit.)
transition temp	pour point −4 °C
density	0.995 g/mL at 25 °C(lit.)

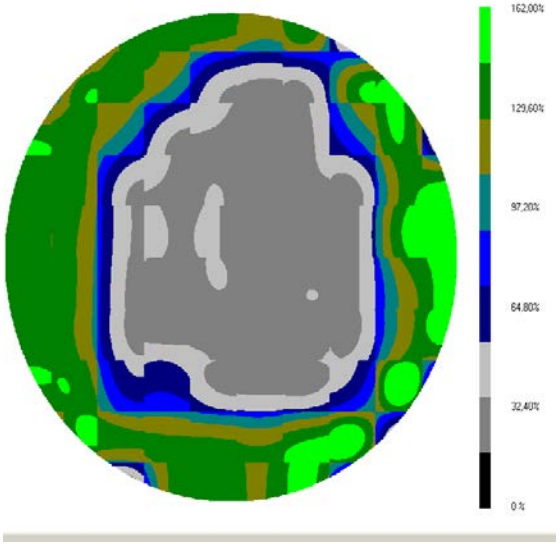
Show More (9)

Description

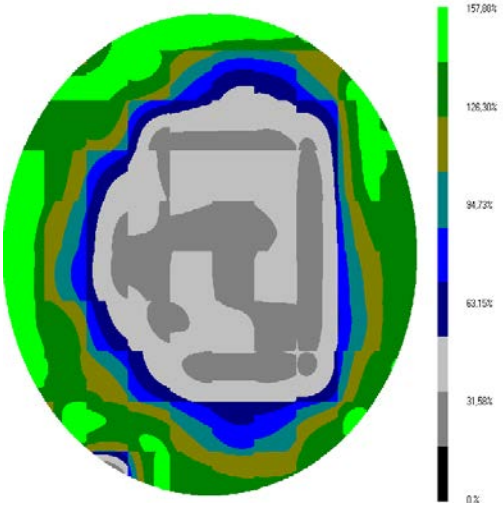
Application

Product cleaves at low pH and ceases to act as a surfactant. Reducing the pH to 3-5 will irreversibly split the surfactant into its hydrophobe and hydrophile units.

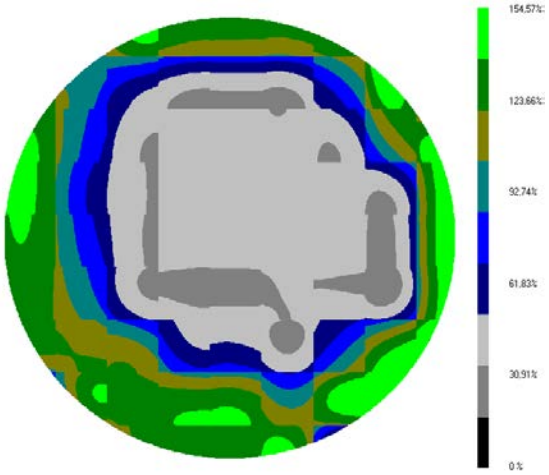
Annexe 5: Profils de répartition de l'humidité de l'arbre abattu en fonction de la hauteur dans l'arbre



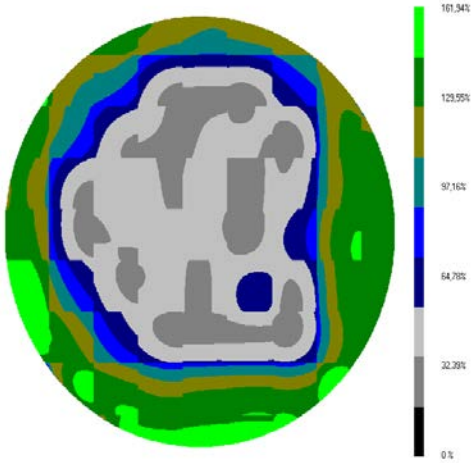
Niveau 4 m



Niveau 8 m

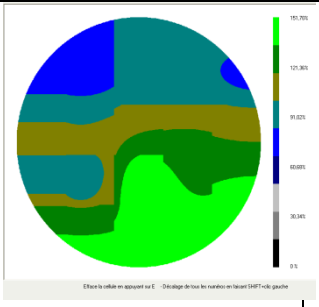
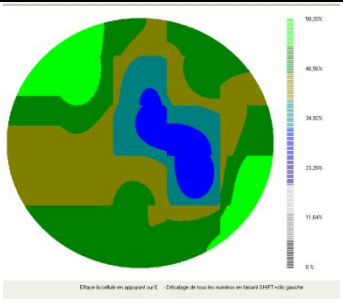
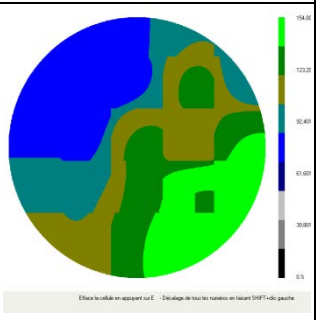
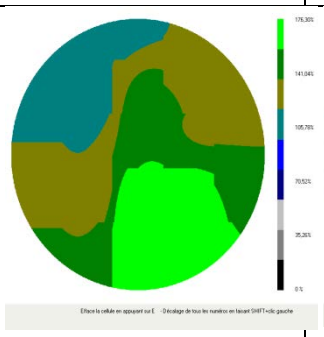
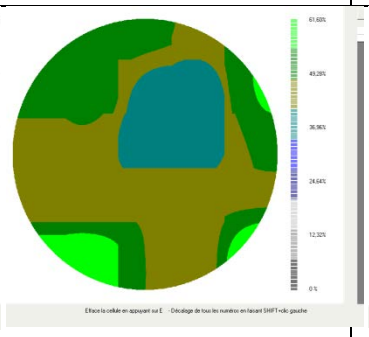
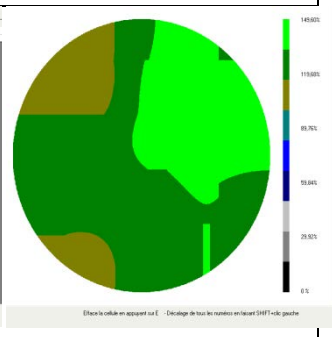
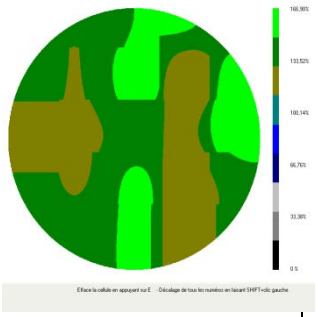
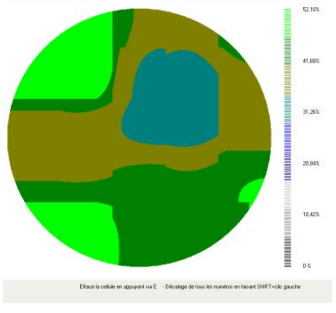
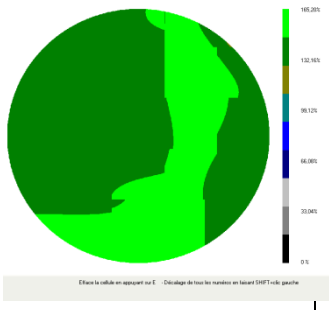
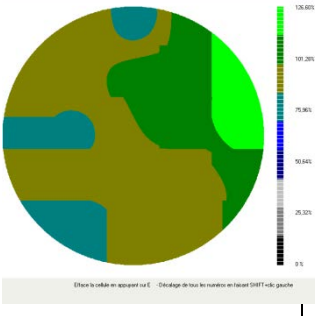
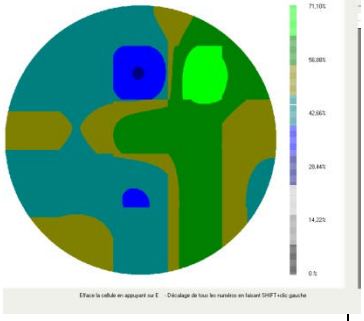
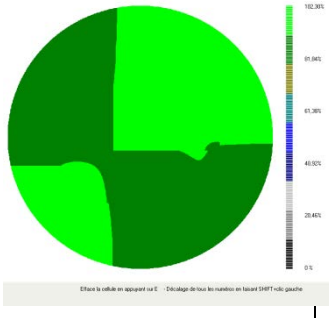


Niveau 12 m



Niveau 16 m

Annexe 6: Répartition de l'humidité entre les périphéries des bons et le centre des billons issus de différentes modalités d'expériences

Modalites/Rondelles	Périphérique 1	Centrale	Périphérique 2
T (témoin en eau renouvelée)			
M (marinage en eau non renouvelée)			
SN (séchage naturel)			
ST (séchage thermique)			

RESUME

Le Douglas sera la première essence résineuse en France dans les 10 ans à venir, avec des volumes commercialisables de l'ordre de 3 millions de m3/an. Sa valorisation par déroulage se heurte à deux caractéristiques défavorables de son duramen (une humidité à l'état vert proche du point de saturation des fibres (entre 30 et 40%) et une très mauvaise imprégnabilité à l'eau. Ceci rend ce bois très difficile et très long à chauffer par bouillottage avant déroulage.

La matière ligneuse étant un bon isolant thermique, l'eau libre constitue généralement le milieu chauffant privilégié dans l'opération d'étuvage préalable au déroulage. Le temps de chauffe dans le cas du Douglas est doublé voire triplé par rapport à d'autres essences plus humides. Cela se traduit par un gaspillage énergétique et une immobilisation de stocks accrue.

En vue d'améliorer la cinétique d'imprégnabilité de bois rond de Douglas, nous avons testés un certain nombre de modalités d'imprégnation à deux échelles différentes. A l'échelle de paillasse, des barreaux de 20 mm (R) x 20 mm (T) x 120 mm (L) prélevés dans le duramen, ont subis différents essais de trempage en faisant varier la température de l'eau, la durée du trempage, le type de refroidissement. Certaines modalités ont été répétés en plaçant le bain sous ultrason (fréquence 20 kHz, puissance 400 W) et pour d'autres en ajoutant un tensio-actif dans l'eau ou procéder à un séchage (thermique, naturel, vide) préalable des éprouvettes. Après chaque essai, la reprise d'eau a été quantifiée par double pesée.

Nous avons montré un effet de bord répétable sur toutes les modalités mais aucune de celles-ci ne permet une amélioration significative de la reprise en eau du duramen sauf pour le cas du séchage préalable qui a profondément amélioré la l'imprégnabilité. La transposition des traitements à l'échelle industrielle sur des billons de 50 cm de longueur et 20 cm de diamètre a montré l'efficacité du séchage préalable sur la capacité du bois d'être pénétré par l'eau, mais insuffisante pour améliorer significativement les conditions de déroulage. Le suivis de l'imprégnabilité par scanner à rayons X à confirmé la persistance de l'hétérogénéité de la répartition d'humidité sur toutes les modalités d'expériences réalisées. Les observations par microscopie confocale à balayage laser (CLSM) ont montré que le processus de séchage à 103°C, a généré des micro-fissures dans les parois cellulaires des ponctuations. Les essais de déroulage réalisés sur les billons issus des différentes modalités étudiées n'ont montré aucune différence de comportement aussi bien en termes d'efforts de coupe qu'en qualité des placages obtenus

Mots clefs : Douglas, duramen, séchage, Microscope Confocal, Rayons X, déroulage,

ABSTRACT

In the ten next years, Douglas-fir will be the main softwood resource harvested in France. It its valorization by peeling comes up against two of its particularities that complicate boiling efficiency: (i) the heartwood has a MC near FSP (30 to 40%) i.e. there is near no free water into tracheid (ii) it is impossible to impregnate this heartwood at atmospheric pressure with water. As a result, wood material being a very efficient insulator material, boiling of Douglas-fir prior to peeling for veneer production will take a very long time, free water being the main medium allowing heat transfer into green wood. Wood is a good thermal insulator, free water is generally preferred in the heating operation steaming prior peeling. Heating time in the case of Douglas is doubled or tripled compared to others species. This results in wasted energy and increased immobilization stocks. In order to improve the kinetics of impregnability of Douglas heart wood, we tested a number of methods of impregnating at two different scales. At the bench scale, samples with 20 mm (R) x 20 mm (t) x 120 mm (L) taken from the heartwood, have suffered from various tests by varying the soaking water temperature, duration soaking, the type of cooling. Some terms were repeated by placing the bath in ultrasound (frequency 20 kHz, power 400 W) and others by adding a surfactant in water or to drying samples, (thermal, natural, vacuum) prior impregnation . After each test, the water uptake was quantified by double weighing.

We showed a repeatable board effect across all categories but none of them allows a significant improvement in the water uptake heartwood except drying that profoundly improved the moisture content of samples. The transposition to the industrial scale processing on ridges (50 cm long and 20 cm in diameter) showed the effectiveness of prior drying on the ability of wood to be penetrated by the water, but insufficient to significantly improve the peeling conditions. X-ray scanner observations confirm the persistence of the heterogeneity of the moisture distribution across all categories of experiments. The confocal laser scanning microscopy (CLSM) showed that the drying process at 103 ° C, generated microcracks in the cell walls of the pits. The tests performed on the peeling logs from different modalities studied showed no difference in behavior both in terms of cutting forces and quality veneers obtained

Key words: Douglas-fir, Heart wood, impregnability, drying, microscopic observations, X rays