



HAL
open science

Etude des propriétés mécaniques et du retrait au séchage du bois à l'échelle de la paroi cellulaire : essai de compréhension du comportement macroscopique paradoxal du bois de tension à couche gélatineuse

Bruno Clair

► To cite this version:

Bruno Clair. Etude des propriétés mécaniques et du retrait au séchage du bois à l'échelle de la paroi cellulaire : essai de compréhension du comportement macroscopique paradoxal du bois de tension à couche gélatineuse. Sciences du Vivant [q-bio]. ENGREF (AgroParisTech), 2001. Français. NNT : . tel-00008857

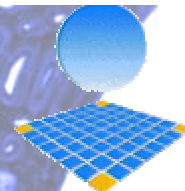
HAL Id: tel-00008857

<https://theses.hal.science/tel-00008857v1>

Submitted on 23 Mar 2005

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.



UNIVERSITÉ MONTPELLIER II
SCIENCE ET TECHNIQUES DU LANGUEDOC

THESE

présentée par

Bruno CLAIR

pour l'obtention du grade de

Docteur de l'ENGREF

Spécialité : Sciences Forestières et du Bois

Etude des propriétés mécaniques et du retrait au séchage du bois à l'échelle de la paroi cellulaire : essai de compréhension du comportement macroscopique paradoxal du bois de tension à couche gélatineuse

Soutenue publiquement le 28 août 2001

à l'Ecole Nationale du Génie Rural, des Eaux et Forêts
Centre de Montpellier

devant le jury composé de :

Georges JERONIMIDIS, Professor, Centre for Biomimetics, Reading University (UK)

Lennart SALMÉN, Associate Professor, Swedish Pulp and Paper Research Institut, Stockholm (SE)

Katia RUEL, Directeur de Recherche CNRS, CERMAV, Grenoble

Patrick PERRÉ, Professeur, ENGREF, Nancy

Gilles DESPAUX, Maître de Conférence, LAIN, Université Montpellier II

Bernard THIBAUT, Directeur de Recherche CNRS, LMGC, Université Montpellier II

Rapporteur

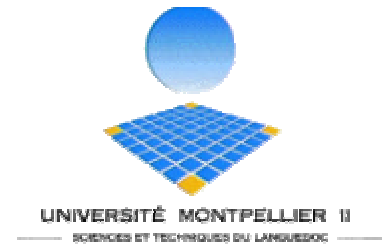
Rapporteur

Examineur

Examineur

Examineur

Directeur de thèse



THESE

présentée par

Bruno CLAIR

pour l'obtention du grade de

Docteur de l'ENGREF

Spécialité : Sciences Forestières et du Bois

Etude des propriétés mécaniques et du retrait au séchage du bois à l'échelle de la paroi cellulaire : essai de compréhension du comportement macroscopique paradoxal du bois de tension à couche gélatineuse

Soutenue publiquement le 28 août 2001

à l'Ecole Nationale du Génie Rural, des Eaux et Forêts
Centre de Montpellier

devant le jury composé de :

Georges JERONIMIDIS, Professor, Centre for Biomimetics, Reading University (UK)

Lennart SALMÉN, Associate Professor, Swedish Pulp and Paper Research Institut, Stockholm (SE)

Katia RUEL, Directeur de Recherche CNRS, CERMAV, Grenoble

Patrick PERRÉ, Professeur, ENGREF, Nancy

Gilles DESPAUX, Maître de Conférence, LAIN, Université Montpellier II

Bernard THIBAUT, Directeur de Recherche CNRS, LMG, Université Montpellier II

Rapporteur

Rapporteur

Examineur

Examineur

Examineur

Directeur de thèse

Quand et comment suis-je tombé dans le bois ?

Dois-je remonter aux cabanes dans les arbres ou aux sculptures sur écorces ou sur Opinel ? Je ne sais pas... je pense par contre que l'arrivée du tour à bois chez mes parents à l'époque fatidique des choix d'orientations a eu un impact non négligeable sur ce qui sera, je l'espère, ma vie professionnelle. Puis dans un bottin des DEA : une formation en Sciences du Bois... . Ça fait rêver mais est ce bien sérieux... et puis un profil en physique-chimie est-il adapté ou aurais-je du suivre plutôt une filière plus biologique ? Mon responsable de formation de maîtrise m'envoie rencontrer Bernard Thibaut du LMGC. Là, les choses vont aller très vite... Je rencontre Joseph et Meriem, et quelques minutes plus tard, j'ai l'impression de faire déjà partie de l'équipe. On parle d'angle des microfibrilles, on m'explique les bases des sciences du bois, mon sujet de stage commence à prendre tournure, il semble que je sois déjà pris au DEA. La rencontre avec Bernard fut du même ordre : la confiance *a priori*, l'accueil cordial au sein de l'équipe. Ensuite, les rencontres se succèdent, François, Valérie, Bernard... on me parle de croissance secondaire et de fonctionnement cambial, un nouveau monde s'ouvre à moi.

C'est d'abord à vous que ces remerciements s'adressent :

Papa, Maman, vous qui m'avez ouvert les yeux,

Bernard, Joseph, Meriem, Bernard, vous qui m'avez ouvert la porte.

Depuis presque quatre ans que j'ai commencé mon DEA, vous êtes nombreux à avoir jalonné mon chemin. Chacun avec ses richesses, chacun avec sa personnalité, je vous remercie tous...

Ces remerciements pourraient s'écrire comme l'énumération de tous les acteurs d'un long métrage. Durant ces années, je ne me suis pas senti l'acteur principal, mais plutôt le metteur en scène ou le réalisateur fédérant les nombreuses énergies existantes pour apporter une petite contribution au grand chantier de la recherche. Je voudrais que ce travail ne soit pas perçu comme étant mien mais bien comme étant **notre**.

Coach :

Bernard Thibaut

Co-coach :

Joseph Gril, Gilles Despaux, Bernard Chanson

Acteurs par rôle :

Anatomie et microscopie photonique :

Bernard Chanson

Valérie Grzeskowiak

Jacques Escout

Nicole Michaux Ferrière

Dolorès Triaire

Nike Row

Julien Ruelle

Microscopie électronique :

Frédéric Allioti

Claude Gril

Alain Rossi

Henri Garreau

Programmation :

Tancrède Alméras

Delphine Julien

Frédérique Dubois

Ludovic Linnard

Secrétariat, logistique et suivi
psychologique (comprend qui peut) :

Claudine Barre

Microscopie acoustique :

Gilles Despaux

Christian Fasolo

Claude Fraisou

Jacques Attal

Microscopie à force atomique :

Michel Ramonda

Richard Arinero

Gérard Leveque

Mesures physiques et mécaniques:

Anne Thibaut

Vincent Huon

Sylvain Leclerc

Technique et usinages :

Gilles Camp

Jean-Louis Kergueme

Sylvain Lotte

Soutient moral, motivation
et bonne humeur :

Magali

Sandrine Bardet

Benoît Lacombe, Thierry Laurent

Claire Rousseau, Caroline Loup

Ainsi que tous les thésards, stagiaires et permanents du LMGC et des autres labos qui m'ont accompagné durant ces années.

Sachez combien j'ai apprécié de travailler avec vous.

Après trois ans de tournage, où chaque jour le scénario évolue et de nouveaux acteurs sont nécessaires, le montage arrive enfin à sa fin.

Ce sera un film inachevé dans lequel seules les premières scènes seront présentées. Les autres restent à jouer même si déjà les idées fusent. C'est la règle, il faut savoir s'arrêter.

Il n'y a eu qu'une présentation et je remercie ceux qui ont été présent ce jour et tout particulièrement les membres du jury venus de loin :

Lennart Salmén

Georges Jeronimidis

Katia Ruel

Patrick Perré.

Je vous remercie de m'avoir fait l'honneur d'être présent ce jour là. Merci aussi pour ces moments partagés, au détour d'une visite ou d'un congrès.

Bernard, je te dédie tout ce travail, notre travail.

<i>Quelques mots pour introduire</i>	1
PROJET DE RECHERCHE	3
CHAPITRE 1 : INTRODUCTION	7
I. LE BOIS REFLET DE SON HISTOIRE	7
I.1. <i>L'arbre : s'adapter pour survivre</i>	7
I.1.1. Les contraintes de maturation	7
I.1.2. Les bois de réaction	8
I.2. <i>Du bois dans l'arbre au bois d'usage</i>	9
II. DE L'ARBRE A LA MOLECULE	10
II.1. <i>L'arbre</i>	11
II.2. <i>Le bois "macroscopique"</i>	12
II.3. <i>Le tissu</i>	13
II.4. <i>La cellule ou la double paroi</i>	14
II.5. <i>Les couches de la paroi cellulaire</i>	14
II.5.1. La lamelle mitoyenne (LM)	14
II.5.2. La paroi primaire (P)	14
II.5.3. La paroi secondaire	15
II.6. <i>Molécules constitutives et organisation dans la paroi</i>	16
III. MODELISATION DES PROPRIETES MECANIQUES ET DU RETRAIT AU SECHAGE DE LA FIBRE DE BOIS	17
III.1. <i>Structure</i>	18
III.1.1. Comportement mécanique des constituants	19
III.1.2. Superposition des constituants	19
III.2. <i>Structure multicouche de la fibre de bois</i>	20
III.2.1. Géométrie de la fibre de bois	20
III.2.2. Structure des parois	20
III.3. <i>Restriction de cisaillement</i>	21
III.4. <i>Données d'entrée du modèle</i>	21
III.4.1. Dimensions	21
III.4.2. Angle des microfibrilles	21
III.4.3. Proportion et localisation des constituants	21
III.4.4. Propriétés mécaniques des constituants	22
III.4.5. Coefficients de retrait des constituants	22
III.5. <i>Confrontation à l'expérience</i>	22

CHAPITRE 2 : PROPRIETES PHYSICOMECHANQUES DU BOIS A L'ECHELLE MACROSCOPIQUE ELEMENTAIRE EN LIAISON AVEC LA MISE EN PRECONTRAINTE ET LA PRESENCE DE BOIS DE TENSION 25

I.	MATERIEL VEGETAL ET PREPARATION DES ECHANTILLONS	25
I.1.	<i>Matériel végétal</i>	25
I.2.	<i>Prélèvements</i>	27
I.3.	<i>Dimensionnement des éprouvettes et usinages</i>	27
II.	MESURE DE PROPRIETES MACROSCOPIQUES	29
II.1.	<i>Déformations Résiduelles Longitudinales de Maturation</i>	29
II.1.1.	Méthode de mesure.....	29
II.1.2.	Résultats.....	29
II.2.	<i>Densité</i>	30
II.2.1.	Matériel et méthode.....	30
II.2.2.	"Les densités" et leurs incertitudes	30
II.2.3.	Résultats.....	31
II.3.	<i>Module d'élasticité longitudinal en traction</i>	32
II.3.1.	Matériel et méthode.....	32
II.3.2.	Résultats.....	34
II.4.	<i>Retraits</i>	34
II.4.1.	Matériel et méthodes	34
II.4.2.	Résultats.....	43
II.5.	<i>Point de Saturation des Fibres (PSF)</i>	43
II.5.1.	Matériel et méthode.....	44
II.5.2.	Résultats.....	44
III.	PARAMETRES DE MICROSTRUCTURE	45
III.1.	<i>Matériel et méthodes</i>	45
III.1.1.	Matériel végétal.....	45
III.1.2.	Contraintes liées à l'analyse d'image	45
III.1.3.	Coupes anatomiques.....	45
III.1.4.	Coloration	46
III.1.5.	Acquisition des images.....	47
III.2.	<i>Traitement des images</i>	48
III.3.	<i>Mesures et résultats</i>	49
III.3.1.	Correction préliminaire.....	49
III.3.2.	Résultats.....	52
IV.	ANALYSE ET DISCUSSION.....	53
IV.1.	<i>Relation entre propriétés macroscopiques</i>	53

IV.1.1.	Relation entre DRLM et retraits	53
IV.1.2.	Relation entre DRLM et PSF	55
IV.1.3.	PSF, retrait et rétractabilité	60
IV.1.4.	Relation entre DRLM et module d'élasticité	61
IV.1.5.	Influence de la profondeur de prélèvement.....	63
IV.2.	<i>Relation entre la microstructure et les propriétés chez le châtaignier</i>	64
IV.2.1.	Relation entre % fibres à couche G et DRLM.....	65
IV.2.2.	Relation entre % fibres à couche G et PSF	66
IV.2.3.	Relation entre % fibres à couche G et retraits	66
IV.2.4.	Relation entre % fibres à couche G et module	67
IV.3.	<i>Identification des propriétés de la fibre de bois normal et de la fibre à paroi gélatineuse.</i>	68
IV.3.1.	Module	69
IV.3.2.	Retrait	70
IV.3.3.	Point de Saturation des Fibres	70
V.	CONCLUSION	71
CHAPITRE 3 : ETUDE DU RETRAIT AXIAL DU BOIS DE TENSION A L'ECHELLE PARIETALE		73
I.	MATERIEL VEGETAL.....	74
II.	OBSERVATION PAR MICROSCOPIE ELECTRONIQUE A BALAYAGE.....	76
II.1.	<i>Préparation des échantillons</i>	76
II.1.1.	Blocs massifs.....	76
II.1.2.	Coupes minces.....	77
II.2.	<i>Techniques d'observation, mesures et résultats</i>	78
II.2.1.	Blocs massifs.....	78
II.2.2.	Coupes minces.....	83
II.3.	<i>Conclusions</i>	85
III.	OBSERVATION PAR MICROSCOPIE A FORCE ATOMIQUE	86
III.1.	<i>Préparation des échantillons</i>	86
III.2.	<i>Techniques d'observation et de mesure</i>	86
III.2.1.	Principe de fonctionnement.....	87
III.2.2.	Conditions expérimentales.....	87
III.3.	<i>Résultats</i>	88
III.4.	<i>Discussion</i>	92
III.5.	<i>Conclusions</i>	92
IV.	ESSAIS D'OBSERVATION PAR MICROTOPOGRAPHIE OPTIQUE	92

V.	ELEMENTS D'IDENTIFICATION DES CINÉTIQUES DES RETRAITS A L'ECHELLE PARIETALE DANS LE BOIS DE TENSION A COUCHE G	93
V.1.	<i>Préparation des échantillons</i>	93
V.2.	<i>Observations en microscopie électronique environnementale</i>	93
V.3.	<i>Résultats et discussion</i>	96
V.4.	<i>Conclusions</i>	97
VI.	CONCLUSION DE L'APPROCHE EXPERIMENTALE DE DETERMINATION DU RETRAIT AXIAL A L'ECHELLE PARIETALE	98
VII.	MODELISATION DU RETRAIT AU SECHAGE DU BOIS DE TENSION A COUCHE GELATINEUSE	98
VII.2.	<i>Paramètres d'entrée</i>	101
VII.3.	<i>Ajustement des paramètres pour une conformité à l'expérience (effet de bord sur une section de fibre)</i>	101
VII.4.	<i>"Cinétiques" de décollement de la couche G</i>	103
VII.5.	<i>Limites de l'approche élastique linéaire</i>	104
VII.6.	<i>Conclusion</i>	105
VIII.	CONCLUSION	105
	CHAPITRE 4 : ESTIMATION DE LA RIGIDITE AXIALE A L'ECHELLE PARIETALE	107
I.	MISE AU POINT D'UN MICROSCOPE ACOUSTIQUE EN TRANSMISSION.....	107
I.1.	<i>Principe de la microscopie acoustique</i>	107
I.2.	<i>Résultats en microscopie acoustique en réflexion et limites</i>	110
I.2.1.	Matériel végétal et paramètres explorés	111
I.2.2.	Résultats obtenus et choix des paramètres :.....	112
I.2.3.	Conclusion	114
I.3.	<i>Conception et réalisation d'un microscope acoustique en transmission</i>	118
I.4.	<i>Préparation des échantillons</i>	118
I.5.	<i>Premiers résultats sur le bois</i>	119
I.6.	<i>Conclusion</i>	120
II.	MICROSCOPIE A MODULATION DE FORCE.....	121
II.1.	<i>Méthode de la mesure</i>	121
II.1.1.	Principe	121
II.1.2.	Théorie (d'après Yamanaka et Nakano 1998)	123
II.1.3.	Matériel végétal et préparation des échantillons.....	125
II.2.	<i>Résultats – discussion</i>	126
II.3.	<i>Conclusion</i>	129
III.	CONCLUSION DE L'APPROCHE DE DETERMINATION DES RIGIDITES AXIALES	130

CONCLUSION GENERALE.....	131
ANNEXE 1 : PROTOCOLE DE COLORATION A L'AZUR II.....	135
ANNEXE 2 : TRAITEMENT DES IMAGES D'ANATOMIE	136
ANNEXE 3 : ESSAIS D'OBSERVATION PAR MICROTOPOGRAPHIE OPTIQUE	139
I. PREPARATION DES ECHANTILLONS	139
II. TECHNIQUES D'OBSERVATION ET DE MESURE	139
III. RESULTATS.....	140
ANNEXE 4 : CONCEPTION ET REALISATION D'UN MICROSCOPE ACOUSTIQUE EN TRANSMISSION.....	141
I. MECANIQUE DU SYSTEME.....	141
I.1. <i>Principe cinématique</i>	141
I.2. <i>Platines de déplacement</i>	145
I.3. <i>Système optique</i>	145
II. CONCEPTION.....	145
II.1. <i>Représentation du schéma cinématique</i>	145
II.2. <i>Assemblage</i>	146
II.3. <i>Réglage de l'assiette de l'échantillon</i>	148
III. ELECTRONIQUE DE L'INSTRUMENTATION.....	150
IV. VALIDATION DE LA MESURE : ESSAIS SUR GRILLE DE MICROSCOPE ELECTRONIQUE.	150
TABLE DES ILLUSTRATIONS.....	153
BIBLIOGRAPHIE	159

De l'arbre ...

Le **botaniste** verra un être vivant toujours en croissance. Il s'émerveillera de son plein épanouissement et du bourgeon qui attend le printemps.

Le **bouliste** verra un coin d'ombre, pour oublier un instant le chant assourdissant des cigales. Il s'émerveillera de la fraîcheur qu'il lui procure.

Le **forestier** verra un individu, intégré dans un peuplement où chacun doit jouer son rôle et où les plus faibles n'ont pas leur place. Il s'émerveillera de l'élancement de son fût et remerciera ceux qui l'ont planté.

L'**historien** verra un témoin du temps. Il s'émerveillera à l'idée que Louis XV ou François I^{er} aient pu s'asseoir sous son feuillage.

Le **mécanicien** verra une structure fabuleusement bien pensée dans laquelle une tige solidement ancrée au sol est capable de supporter une couronne de plusieurs tonnes soumise à de nombreuses sollicitations. Il s'émerveillera de sa tortuosité, réfléchissant aux mécanismes qui ont permis ses redressements successifs.

Le **promeneur**, poète à ses heures, sera plus sensible à ses couleurs à l'automne ou aux formes que dessine son feuillage. Il s'émerveillera de l'oiseau qui y niche ou du gros cèpe qui pousse à son pied.

Chacun d'entre nous saura se retrouver dans l'une ou l'autre de ces sensibilités.

La seconde vie de l'arbre : le bois ...

Bois qui nous chauffe de sa flamme,
Bois de charpente dans la vieille grange,
Bois du copeau humide sur la gouge du tourneur,
Bois chaleureux du plancher sous nos pieds nus,
Bois qui embaume le vin de nos fêtes,
Bois du luthier qui ravit nos oreilles,

Le bois nous régale de tous ses bienfaits, mais son domptage n'est souvent pas aisé,

Les charpentiers, ébénistes, tonneliers, menuisiers et autres sculpteurs ou luthiers en savent quelque chose... le bois joue. Il se joue de nous même. C'est qu'il en sait des choses, il est le fruit d'une première vie, ne l'oublions pas.

Alors que les générations l'ont peu à peu apprivoisé, il nous surprend toujours, nous sommes toujours avides de le comprendre.

Comprendre, comprendre le bois... vaste chantier.

Le travail présenté dans ce mémoire s'inscrit dans la démarche de compréhension des propriétés macroscopiques d'un matériau, le bois, à partir de sa microstructure.

Dans cette approche, les mécaniciens ont souvent joué un rôle moteur ; se tournant tantôt vers le physicien, tantôt vers le chimiste, pour l'analyse de la microstructure du matériau.

Dans le cas du bois, que ce soit pour l'étude des processus de coupe, des fentes à l'abattage ou des déformations au séchage d'une planche, les mécaniciens se sont spontanément tournés vers le spécialiste de la structure du bois : l'anatomiste, qui lui, relève plutôt de la biologie végétale.

Aujourd'hui, la description morphologique ne suffit plus et il est important de pouvoir accéder à des informations locales, *in situ*, sur le comportement physico-mécanique des composants de la matière ligneuse, accessibles à l'observation grâce à des outils de plus en plus performants.

L'utilisation des techniques de la physique, telles que la diffraction des rayons X ou la micro-densitométrie, a beaucoup aidé à la compréhension du matériau bois dans les dernières décennies. Aujourd'hui, de nouvelles techniques émergent dans le monde des physiciens. La coopération avec des équipes maîtrisant et développant ces techniques permet d'accéder à de nouvelles informations sur le bois à l'échelle de la paroi.

Un enjeu de ce travail est de mettre à profit les compétences de la physique au service de la compréhension du matériau bois, à l'interface entre le mécanicien et le biologiste, sur un sujet qui passionne les deux communautés : le bois de tension des angiospermes.

PROJET DE RECHERCHE

Lors du début de ce travail en octobre 1998, le sujet de thèse portait l'intitulé :

Etude des paramètres de microstructure pertinents pour expliquer les propriétés mécanophysiques macroscopiques du matériau bois.

Ce projet de recherche s'est inséré dans la démarche concertée "microstructure/comportement macroscopique du bois" (acronyme mic-mac) financée par la DERF (Programme Concerté Recherche et Développement Bois Matériau) et le CNRS (Appel d'offre Matériaux) regroupant des équipes de "structuralistes" au niveau anatomie (ENGREF, LMGC), ultrastructure (CERMAV) ou chimie (INRA) et de mécaniciens spécialistes des problèmes de transfert (ENGREF), de comportement mécanique (LMGC) et de modélisation des changements d'échelle (LMA).

La modélisation des propriétés de base retenues telles que les propriétés élastiques et viscoélastiques, les variations dimensionnelles avec l'état hydrique ou les déformations de maturation, nécessite, une connaissance de plus en plus poussée de la distribution spatiale des composants élémentaires du matériau au niveau cellulaire ou intrapariétal, avec une information sur la nature de ces matériaux d'un point de vue physique et mécanique.

Les outils de base pour ces études de structure sont les microscopies (photonique, électronique, acoustique, à force atomique) et leurs analyses qualitatives et quantitatives.

Le cœur du projet de recherche était donc la maîtrise et la mise au point spécifique de ces outils en vue d'accéder à de nouveaux paramètres.

Vu l'étendue du programme, un cadre a rapidement été donné définissant les axes privilégiés.

- L'étude portera sur les propriétés élastiques et le retrait au séchage.
- On s'intéressera essentiellement aux propriétés dans la direction longitudinale. Direction pour laquelle la structure intrapariétale est le facteur déterminant des propriétés.
- La variabilité des propriétés ne sera pas abordée par une diversification des types de plans ligneux étudiés mais par la diversité des types de bois dans l'arbre (bois normal, bois de réaction) révélée par la mesure des contraintes de croissance.
- Nous nous focaliserons sur l'étude des fibres de bois des feuillus avec un intérêt particulier pour les fibres de bois de tension différenciant une couche gélatineuse. L'étude de cette couche à structure atypique pouvant s'avérer instructive pour la compréhension des autres couches.
- Malgré l'importance de l'angle des microfibrilles pour expliquer les propriétés étudiées, il ne sera pas développé d'outil spécifique au laboratoire pour le mesurer. D'autres laboratoire s'étant spécialisés dans cette mesure, il sera préféré de concentrer notre énergie sur la mise au point d'outils nouveaux. La mesure de l'angle des microfibrilles sur les éprouvettes pourra être sous-traitée ou réalisé lors d'une visite dans un laboratoire compétent.
- Enfin, en parallèle de l'approche microstructurale, seront réalisées des mesures macroscopiques. La description des types de cellules ayant contribué aux propriétés macroscopiques, en lien avec les propriétés étudiées à l'échelle de la paroi, pouvant, à terme, permettre une approche micro-macro des propriétés du bois.

La présentation de ce travail de thèse s'articule autour de trois grands axes :

Dans un premier temps, une étude macroscopique des propriétés physiques et mécaniques du bois est décrite. Les relations entre quelques propriétés de base (densité, module élastique, retrait, PSF), les contraintes de croissance et la présence de bois de tension sont étudiées chez le châtaignier.

Les observations macroscopiques nous conduisent ensuite à nous intéresser au retrait au séchage dans la direction longitudinale des différentes couches de la paroi et plus particulièrement la couche gélatineuse du bois de tension. Cette étude est réalisée d'après des observations en microscopie électronique à balayage et des cartographies de topographie réalisées par microscopie à force atomique. Une approche de la cinétique du retrait du bois de tension à couche G est réalisée par microscopie électronique environnementale et une modélisation simple du retrait de la fibre de bois de tension est proposée.

Celle-ci nous amène devant la nécessité de caractériser les propriétés mécaniques des couches de la paroi. Dans la dernière partie, nous présentons la mise au point de deux outils complémentaires en vue de la détermination des propriétés élastiques à l'échelle de la paroi cellulaire : la microscopie acoustique en transmission et la microscopie à modulation de force (issue des techniques de microscopie à force atomique).

Le tableau (page suivante) récapitule les différentes techniques utilisées lors de cette étude avec en correspondance les coopérations qui les ont rendues possibles.

	mesures	Outils	Coopérations	1	2	3	4	
Propriétés Macroscopiques 2x96 éprouvettes de 1x1x50 mm ³ (Châtaignier)	Déformation Résiduelle Longitudinale de Maturation	méthode du trou unique		X				
	Densité	méthode "poussée d'Archimède" sur balance Statorius	CIRAD-Forêt, programme Bois	X				
	Rigidité Longitudinale saturé et sec à l'air	Machine de traction (Dartec)	Equipe Thermo-mécanique, LMGC (UM2).	X				
	Retrait Longitudinal	Scanner et analyse d'image (Optimas)		X	X	X		
		Comparateurs (validation de la méthode scanner)		X				
Observations mésoscopiques (quelques centaines de cellules)	Proportion des différents tissus (types de cellules, quantité de matière ligneuse) contenus dans les éprouvettes macroscopiques	Coupes anatomiques (microtome), Colorations (Azur II) Photographies numériques (niveaux de gris)	CIRAD-Biotrop, Laboratoire d'Histologie		X		X ^a	
		Retouche manuelle des images (Psp), Mesures automatisées par analyse d'image (Optimas), Traitement automatisé des données (Excel)		X	X		X ^a	
Propriétés Microscopiques couches de la paroi cellulaire	Retrait Longitudinal	Microscopie Electronique à Balayage : différentiel de retrait suite au séchage d'un échantillon coupé saturé	Service Commun de Microscopie Electronique (UM2)	X	X		X ^b	
		Microscopie à Force Atomique : Profils topographiques d'un échantillon coupé saturé dans l'eau et sec à l'air	Service Commun de Microscopie en Champ Proche (UM2)	X	X	X ^{**}		
		Microscopie électronique environnementale : suivi du retrait transverse des fibres à couche G		X	X			
		Modélisation du retrait des couches de la paroi cellulaire	Calcul Scientifique – LMGC (UM2)	X	X			
	Rigidité Longitudinale	Développement du Microscope Acoustique en Transmission	Equipe Acoustique, LAIN (UM2) IUP Génie Mécanique (UM2)		X	X	X ^{***}	X ^c
		Microscopie à Force Atomique en modulation de force : résonance du levier au contact	Equipe Champ Proche, LAIN (UM2)		X	X	X ^{****}	

tableau 1 : récapitulatif des mesures réalisées aux différentes échelles et des coopérations associées (CIRAD = Centre de Coopération Internationale de Recherche Agronomique pour le Développement ; LMGC = Laboratoire de Mécanique et Génie Civil ; UM2 = Université Montpellier 2 ; LAIN = Laboratoire d'Analyse des Interfaces et de Nanophysique ; IUP = Institut Universitaire Professionnel). 1. d'après protocole existant ; 2. mise au point (outils ou protocole) ; 3. collaboration ; 4. encadrement stagiaire

* avec T.Alméras (Doctorant INRA-Montpellier) pour la programmation VB et C++ ; ** avec M. Ramonda (service commun Champ Proche) ; avec G.Despaux et C.Fasolo (LAIN-Acoustique) ; **** avec G. Leveque et R. Arinero (LAIN-Champ proche). a. J. Ruelle (Licence de Biologie, mention Biologie Cellulaire et Physiologie (Option Physiologie Végétale Appliquée)) ; b. F. Allioti (Maîtrise de Physiologie Végétale Appliquée (Option Instrumentation)) ; c. C. Fraiso (2ème et 3ème année IUP Génie Mécanique et Productique)

CHAPITRE 1 : INTRODUCTION

I. LE BOIS REFLET DE SON HISTOIRE

I.1. *L'arbre : s'adapter pour survivre*

Sous ce titre, je ne parlerai que des adaptations de l'arbre pour sa tenue mécanique. L'anatomiste ou le physiologiste y trouveront certainement des non-dit regrettables qui pourront être compensés par la lecture du cours de R. Keller (Keller, 1994).

Pour chercher la lumière au-dessus de leurs congénères, certains végétaux ont su développer leurs capacités pour une croissance verticale. Celle-ci étant assurée par la croissance primaire du bourgeon terminal, il fallait un renfort latéral pour soutenir mécaniquement la structure de la plante. Ce renfort est apparu avec la croissance secondaire. Après chaque pousse annuelle, la plante met en place une couche d'une cellule d'épaisseur sur toute la périphérie de la tige. Cette couche de cellules, appelée cambium, a la particularité de pouvoir se diviser pour former des cellules filles. Cette division se fait tantôt vers l'intérieur pour former les cellules qui deviendront le bois de l'arbre (matière ligneuse ou Xylème), tantôt vers l'extérieur pour former l'écorce (Liber) (nous nous intéresserons uniquement à la croissance côté bois). Cette couche est aussi appelée Assise Génératrice Libéro-Ligneuse. L'assise cambiale permet donc la croissance en diamètre de la tige. Juste après leur formation, les nouvelles cellules ont toutes les caractéristiques de leurs cellules mères : protoplasme, noyau... entouré d'une membrane mince et molle. Ces cellules filles vont ensuite rapidement perdre leur contenu cellulaire pour entamer leur phase de différenciation ou maturation. Au cours de cette phase, chaque cellule va prendre son rôle dans la structure de l'arbre en se différenciant en cellules à fonction définie. Les trois fonctions principales sont : la conduction de la sève brute des racines vers les feuilles, le soutien mécanique et le stockage des réserves et leur restitution. Pour ces trois fonctions, les résineux et les feuillus ont opté pour deux stratégies distinctes. Chez les résineux, un seul type de cellules dans la direction axiale (les trachéides) assure à la fois les rôles de conduction et de soutien. Seules la forme et l'épaisseur des parois vont évoluer pour assurer plus de conduction (paroi fine et large lumen) ou plus de soutien (paroi épaisse et petit lumen). Le stockage et la restitution des réserves sont assurés par des cellules de parenchyme orientées suivant les directions radiale et axiale. Chez les feuillus (espèces plus évoluées), chaque fonction est assurée par un type de cellule spécifique : la conduction se fait par des cellules à paroi fine et au lumen pouvant atteindre jusqu'à plusieurs centaines de microns appelées les vaisseaux, le soutien mécanique est assuré par les fibres, cellules plus courtes que les trachéides, aux parois épaisses et aux lumens étroits. Les réserves sont assurées comme pour les résineux par le parenchyme. Au cours de cette différenciation, la fine membrane de la cellule fille nouvellement formée va s'épaissir et se renforcer par des dépôts de couches cellulodiques lignifiées pour former la cellule adulte. Ce processus de maturation a des répercussions importantes non seulement sur la cellule mais aussi sur le comportement mécanique global de la tige (l'arbre).

I.1.1. **Les contraintes de maturation**

Au cours de la maturation, la cellule nouvellement formée a tendance à se rétrécir longitudinalement et à s'épaissir diamétralement. Ces déformations sont bloquées par l'adhérence de la jeune cellule aux cellules anciennes déjà rigidifiées. La nouvelle cellule se retrouve donc en précontrainte de tension suivant la direction longitudinale (figure 2) et de compression suivant la direction tangentielle (Fournier *et al.* 1991).

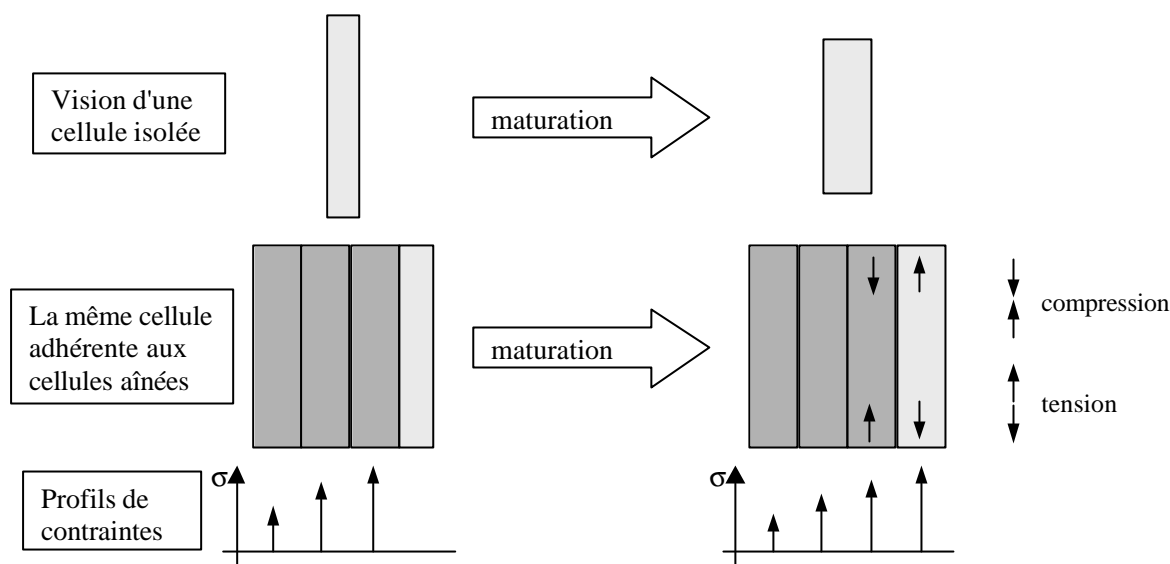


figure 1 : principe de la mise en place des contraintes de croissance

Par réaction, les cellules plus anciennes, qui étaient, d'après le même processus, initialement en tension, se trouvent moins tendues et ainsi de proche en proche jusqu'au centre de l'arbre où le bois peut être en précontrainte de compression. Le profil des contraintes dans un arbre sur pied peut donc être schématisé comme sur la figure 2a.

Cette distribution des contraintes dans l'arbre est très favorable à son maintien face aux sollicitations. En effet, alors que le bois est très résistant en traction, sa structure cellulaire lui confère une résistance en compression plus faible (flambement des parois). Ainsi, lors d'une flexion de la tige (liée au vent ou à un chargement du houppier par la neige), la face supérieure résiste sans difficulté à l'augmentation de tension et la face inférieure au lieu de se trouver comprimée se retrouve en moindre tension (figure 2b). L'arbre utilise ainsi son matériau constitutif dans sa meilleure plage de sollicitation.

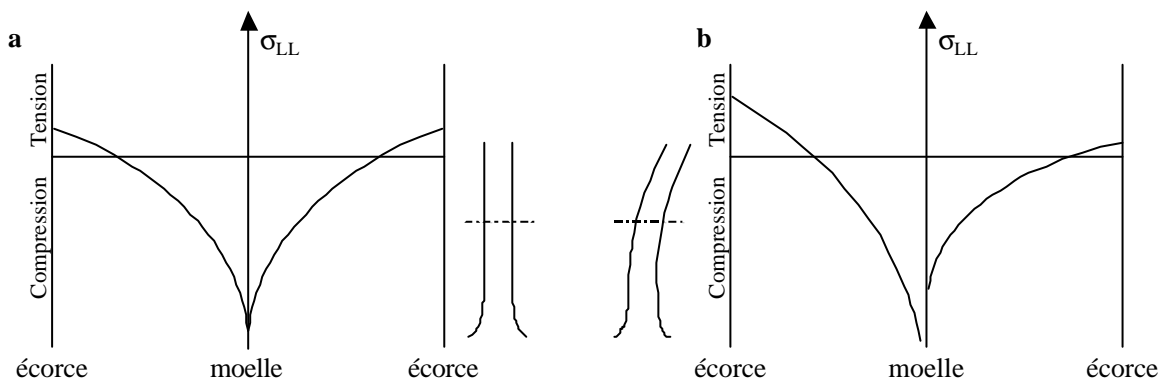


figure 2 : schématisation des contraintes dans l'arbre sur pied. a : arbre équilibré droit, b : arbre en flexion (d'après Fournier *et al.* 1991).

I.1.2. Les bois de réaction

Selon des principes similaires, l'arbre est capable de réagir à des sollicitations plus importantes (vent violent unidirectionnel, redressement de la tige principale après un déséquilibre du houppier ou un déchaussement partiel...) en générant des contraintes de forte tension sur la face supérieure de la tige ou des contraintes de compression sur la face inférieure. Ces états de contraintes particuliers s'accompagnent de changements importants dans la structure des cellules du bois. Le bois ainsi formé est appelé bois de réaction par opposition au bois dit normal.

I.1.2.1. Bois de compression

Le bois de compression est produit quasi exclusivement par les résineux. Lors de la maturation, les cellules qui donneront le bois de compression, contrairement au bois normal ont une tendance au gonflement axial. Le blocage des déformations produit donc une précontrainte de compression. Cette compression sur la face inférieure tend à redresser l'axe de la tige.

I.1.2.2. Bois de tension

Les feuillus ont une stratégie opposée pour assurer le redressement des tiges : un bois à très fortes précontraintes de tension est produit sur la face supérieure. Cette forte contrainte de tension est issue de la tendance à une forte rétraction axiale des cellules lors de la maturation.

I.2. *Du bois dans l'arbre au bois d'usage*

Nous nous intéresserons uniquement dans ce paragraphe au comportement du bois en lien avec sa variation d'humidité.

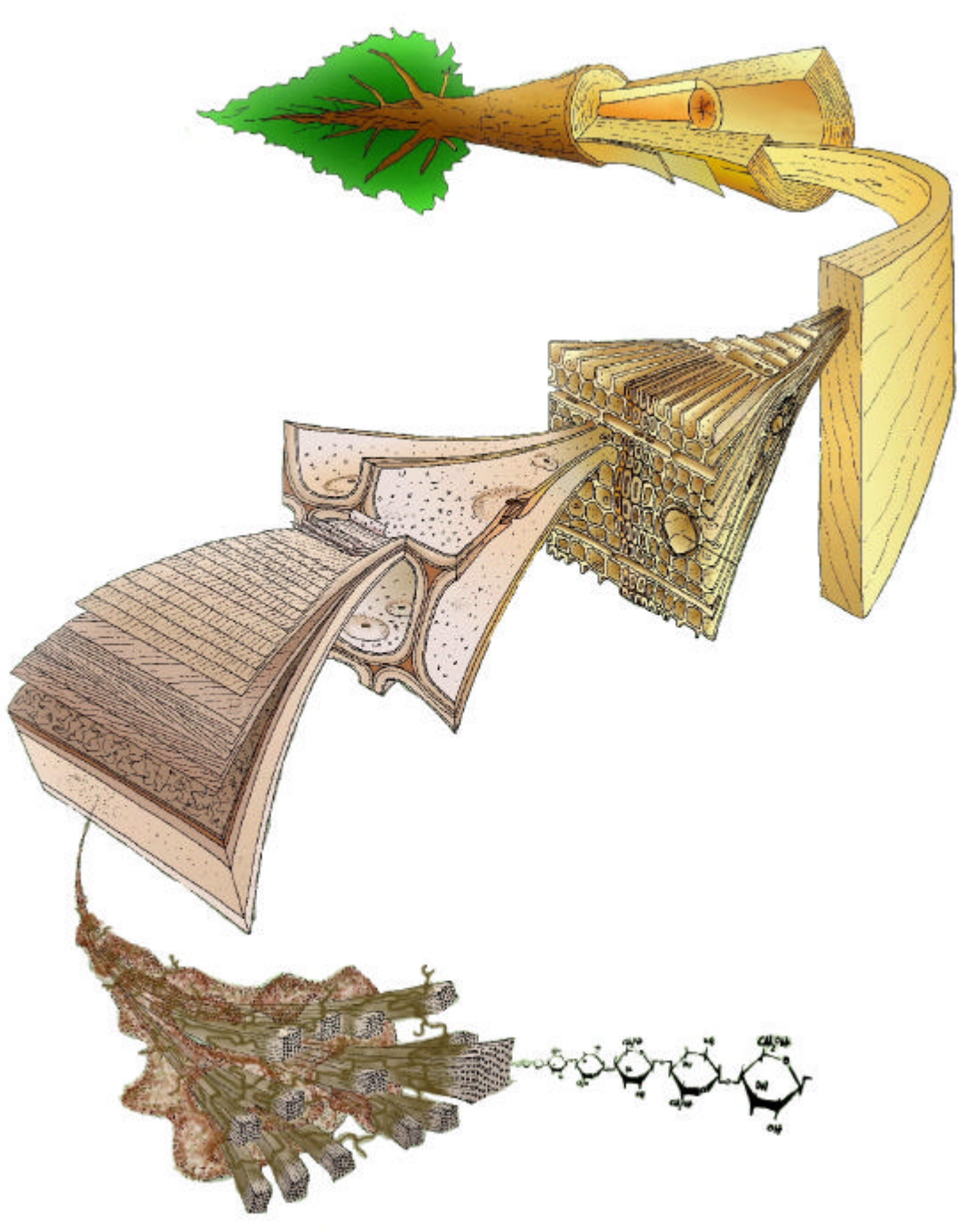
Dans l'arbre vivant, le bois est toujours dans un état de forte humidité. Les parois des cellules sont saturées (l'eau qu'elles contiennent est appelée eau liée) et les lumens sont plus ou moins remplis d'eau (cette eau est appelée eau libre). Si l'on définit l'humidité du bois comme le rapport de la masse d'eau (eau libre + eau liée) sur la masse de matière sèche, on peut atteindre pour des bois de faible densité des humidités de plus de 100 % (si la masse d'eau est supérieure à la masse de matière ligneuse anhydre).

Dans le bois en usage, l'humidité du bois se stabilise en fonction de la température et de l'humidité de l'air. On peut donner comme ordre de grandeur une humidité d'équilibre du bois de l'ordre de 12 % en climat tempéré.

Au cours du passage de l'état saturé à l'état d'équilibre, on peut distinguer 2 phases de séchage : dans un premier temps les lumens des cellules qui étaient pleins d'eau vont se vider (départ de l'eau libre) et dans un second temps une partie de l'eau des parois se retire jusqu'à stabilisation. L'humidité du bois pour laquelle les lumens ne contiennent plus d'eau libre alors que les parois sont encore saturées est appelé Point de Saturation des Fibres (PSF). Le point de saturation des fibres peut varier de 22 à 35 % suivant les espèces et la localisation dans l'arbre (Kollmann et Côté 1968). L'humidité de PSF est aussi l'humidité en dessous de laquelle les propriétés du bois évoluent et notamment où débute le retrait. Tant que les lumens contiennent de l'eau libre, on n'observe pas de variations dimensionnelles du bois. En revanche, à partir du moment où l'eau s'extrait des parois, le bois rétrécit suivant les trois directions : longitudinale (sens des fibres), radiale et tangentielle (par rapport à une section de grume). Le retrait du bois est très anisotrope, il est défini pour une direction et une humidité donnée ($H < \text{PSF}$) comme le rapport de la différence de longueur entre l'état saturé et l'état à l'humidité H sur la longueur à l'état saturé. Le retrait total est le retrait exprimé entre l'état saturé et l'état anhydre. On peut donner comme ordre de grandeur des retraits totaux du bois normal dans les trois directions : ~ 4 % suivant la direction radiale, ~8 % suivant la direction tangentielle et ~ 0,1 % suivant la direction longitudinale. Ces valeurs peuvent être très différentes dans les bois de réaction et le bois juvénile. La forte anisotropie du retrait a des conséquences technologiques très importantes. Notamment, elle exclut le séchage du bois sous forme de grume puisque la géométrie cylindrique de la grume ne permet pas une déformation deux fois plus importante dans la direction tangentielle que dans la direction radiale. Dans la plupart des cas, l'écart de déformation se traduit par l'apparition de fentes de séchage de l'écorce vers la moelle. La grume doit donc d'abord être débitée en planches avant séchage, mais là aussi, hormis le fait que les sections sèches seront plus faibles que les sections après découpe, l'anisotropie du retrait peut modifier la forme de la section si la

planche n'a pas été usinée suivant les directions du bois. Ajoutons à cela que des zones de bois de réaction ou de bois juvénile à l'intérieur d'une planche vont créer des disparités de valeurs de retrait au sein d'une même planche pour une direction donnée. Ces disparités seront à l'origine de déformations importantes de la pièce de bois pouvant la rendre inutilisable. Il semble donc important de comprendre les phénomènes qui régissent le retrait dans le bois. Pour cela, commençons par regarder sa composition à différentes échelles.

II. DE L'ARBRE A LA MOLECULE



(d'après Harrington dans Butterfield 1998)

En partant de l'illustration de Harrington, le matériau bois est décrit dans sa complexité par l'observation de sa structure aux différentes échelles.

II.1. L'arbre¹



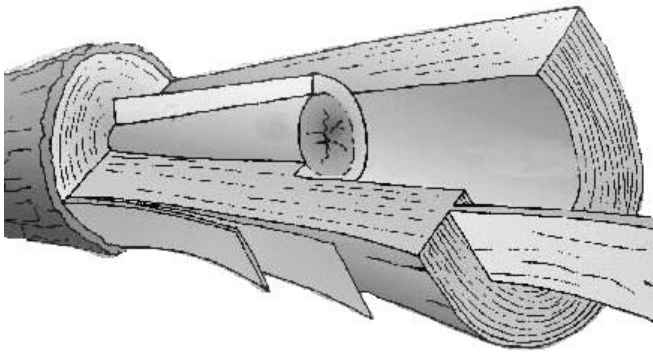
Sans revenir sur les origines biologiques du matériau qui ont déjà été succinctement abordées précédemment, partons tout de même de l'arbre pour rappeler plusieurs niveaux d'hétérogénéité. Nous parlons d'étudier **le** bois, mais ne ferions nous pas mieux de parler **des** bois. Et si l'on doit parler ainsi, c'est d'abord parce qu'à l'échelle de l'arbre, on rencontre de fortes hétérogénéités entre les espèces. Chaque espèce contient dans son patrimoine génétique un "plan de fabrication" pour le bois. Même si les "ingrédients" sont similaires, la proportion de tel ou tel type de cellules, la morphologie des cellules (épaisseur de paroi, type de ponctuation,...) et leur organisation sont propres à une espèce. Cette structure propre à l'espèce est appelée son plan ligneux. Il en découle une large variabilité dans les propriétés des bois produits. Au sein d'une même espèce, on peut aussi remarquer une forte variabilité d'un individu à l'autre, celle ci dépend notamment des conditions de croissance (sol, climat,...). Enfin, notons qu'au sein d'un même arbre, les propriétés du bois vont dépendre de sa position dans l'arbre. Le bois formé par un cambium jeune (appelé bois juvénile) a généralement des propriétés assez

différentes du bois formé plus tard (bois adulte). Sur des arbres assez âgés, on remarque aussi des différences de propriétés entre le bois de cœur (duramen) et le bois récemment formé (aubier) qui contribue encore à l'activité de l'arbre. Ces différences sont dues à la synthèse de constituants chimiques nouveaux à la frontière des zones de bois plus anciens (parfois, en vue de les rendre plus résistantes aux agressions par des insectes ou des microorganismes). Enfin, notons que l'histoire de l'arbre peut avoir favorisé la production de zones de bois de réaction. Ce bois est généralement assez localisé mais peut être abondant. Il est généralement localisé, pour les arbres inclinés ou en cours de redressement, en périphérie sur la face inférieure chez les résineux et sur la face supérieure chez les feuillus. Plus en profondeur, il est souvent difficile, *a priori*, de localiser le bois de réaction, puisque l'on ne connaît généralement pas l'histoire de l'arbre.

Après ce rapide aperçu de la variabilité inter et intra arbre, regardons de plus près la structure du bois depuis l'échelle macroscopique.

¹ d'après Fischesser 1995

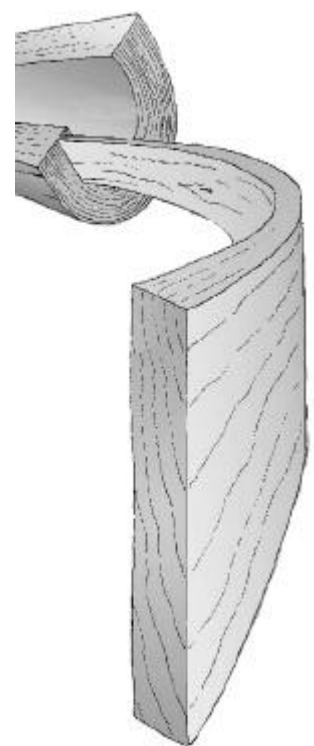
II.2. Le bois "macroscopique"¹



La notion d'échelle macroscopique est toujours relative. Dans cette étude, on appellera macroscopique un échantillon comportant plusieurs types de tissus. Un échantillon sera donc considéré comme "macroscopique" si ses dimensions sont comprises entre plusieurs mètres dans la direction axiale par plusieurs dizaines de centimètres dans les directions transverses pour les plus grands et quelques millimètres de côté pour les plus petits.

Vu l'étendue de cette définition, il est important de créer une sous catégorie que nous appellerons le "mini-macro". Le macro concerne alors le bois en dimension d'emploi en structure et le mini-macro concerne des échantillons d'étude dont les dimensions sont suffisamment petites pour pouvoir faire un descriptif des tissus qui les composent.

Dans le bois macroscopique, on observe plusieurs niveaux d'hétérogénéité. D'abord, on retrouve les hétérogénéités de l'arbre pour les pièces de grandes dimensions (bois juvénile - bois adulte, duramen - aubier, bois normal - bois de réaction, droit fil - nœud). Pour des pièces plus petites, on peut considérer une hétérogénéité plus fine à l'échelle du cerne. On appelle **cerne** le bois constitué pour une année donnée depuis la reprise de croissance printanière jusqu'à la fin de croissance en fin d'été. En climat tempéré, les limites de cernes sont généralement bien marquées et on distingue généralement deux zones dans le cerne : une zone de bois initial (ou bois de printemps) et une zone de bois final (ou bois d'été). Durant la période d'activité annuelle de l'arbre, les besoins physiologiques évoluent : au printemps, l'arbre a besoin d'absorber et d'élaborer beaucoup de sève pour relancer l'activité foliaire. Pour en assurer la conduction, les résineux forment des trachéides à parois minces et à larges ouvertures (lumen) ; les feuillus, quant à eux, augmentent le nombre de leurs vaisseaux ou bien, comme les résineux, en diminuent l'épaisseur des parois et en exagèrent le diamètre. Au fur et à mesure que l'on s'approche de la fin de l'été, les besoins en conduction diminuent et l'arbre doit se consolider avant d'affronter la période hivernale. Les trachéides des résineux se différencient alors avec des lumens plus étroits et des parois plus épaisses et les feuillus élaborent des vaisseaux à sections plus faibles et les noient dans des tissus fibreux. Ainsi, on distingue le bois de printemps poreux et plus clair du bois d'été plus dense et plus foncé. La largeur de cerne, pouvant varier de quelques dixièmes de millimètre à quelques centimètres, est un indicateur de l'activité cambiale de l'arbre une année donnée (vitesse de croissance). Cette vitesse de croissance a une influence directe sur les propriétés du bois puisque c'est d'elle que dépend la proportion de la zone poreuse par rapport à la zone dense. Curieusement, des causes similaires peuvent avoir des effets inverses sur la répartition de ces zones. Chez les résineux, c'est essentiellement la quantité de bois de printemps qui va varier en fonction de la largeur de cerne. Ainsi, un arbre à croissance vigoureuse (et donc à larges cernes) produira une large plage poreuse sans beaucoup augmenter sa zone de bois final, le bois résultant sera donc moins dense. Chez certains feuillus (le châtaignier et le chêne sont des exemples typiques), en



revanche, une forte croissance ne se traduira pas par une augmentation de taille de la zone à larges vaisseaux mais par une augmentation de la plage de fibre. Le bois résultant sera donc plus dense. On imagine aisément les répercussions en terme de propriétés de ces différents scénarios. Un résineux à croissance lente sera plus résistant mécaniquement qu'un résineux à croissance rapide et inversement pour certains feuillus.

Si l'on veut comprendre ou modéliser les propriétés du bois, il sera important de tenir compte de ces différents facteurs de variabilité. Afin de s'affranchir au maximum de ces sources de variabilité, il est important de travailler sur des échantillons de petite taille. Les petites dimensions des éprouvettes permettent notamment de déterminer avec précision les types de tissus en présence pour identifier leurs contributions aux propriétés macroscopiques. Pour le choix du dimensionnement des éprouvettes "mini-macro", il est important de tenir compte de l'anisotropie des hétérogénéités. Globalement, l'hétérogénéité est la plus forte dans les directions radiale puis tangentielle. Dans la direction longitudinale, on pourra s'autoriser des dimensions plus importantes. On peut donner comme ordre de grandeur une section transverse de l'ordre du millimètre suivant le rayon, de quelques millimètres tangentiellement et jusqu'à quelques dizaines de millimètres dans la direction des fibres.

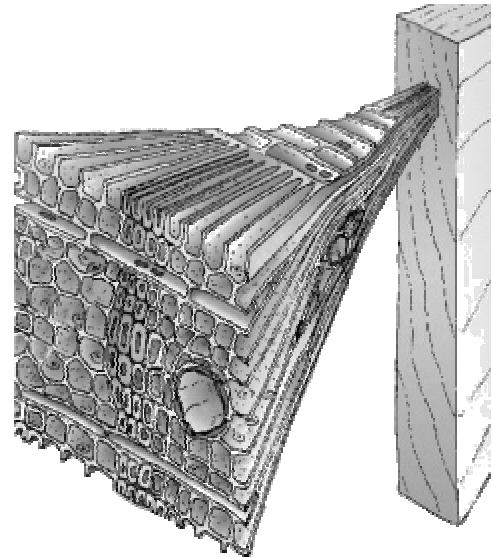
II.3. Le tissu

Nous définirons le tissu comme un ensemble de cellules de même fonction physiologique (ou essentiellement) regroupées en plages dans la direction étudiée. L'expérimentation sur les tissus permet plus aisément de rendre compte de la contribution aux propriétés des éléments constitutifs.

L'observation d'un tissu permet d'identifier par les jeux de symétrie un volume élémentaire représentatif (ver) qui sera l'élément de base pour la modélisation plus globale. Divers tissus pourront être étudiés séparément pour ensuite, par association, reconstituer une éprouvette "mini-macro". Le tissu pourra être par exemple chez les conifères une plage de trachéides de bois initial ou de bois final ou de bois de compression. Chez les feuillus, ce pourra être une zone initiale poreuse (bois de printemps de certains feuillus constitué essentiellement de vaisseaux), une plage de fibre de bois normal ou de bois de tension, une plage de parenchyme axial ou un rayon ligneux s'il est assez important (cas du chêne). L'étude du bois à cette échelle permet de rendre compte de l'organisation des cellules. Beaucoup de propriétés dans les directions radiale et tangentielle trouvent une grande part de leur explication par l'arrangement cellulaire. De nombreux travaux expérimentaux et théoriques ont montré la pertinence d'une étude à l'échelle du tissu (Koponen *et al.* 1991 ; Astley *et al.* 1998 ; Farruggia 1998 ; Watanabe *et al.* 1998b ; Badel et Perré 1999).

Ces études ont notamment permis des approches micro-macro pour remonter aux propriétés à l'échelle du cerne (mini-macro) (Badel 1999 ; Perré 2001).

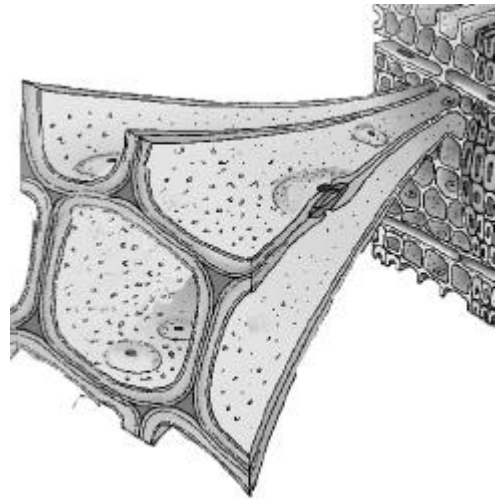
Notons cependant qu'en restant à l'échelle du tissu, une part des propriétés transverses et la plupart des propriétés dans la direction longitudinale restent encore sans explication. Il faut donc s'intéresser à des échelles plus fines.



II.4. La cellule ou la double paroi

La cellule est l'élément de base de la structure du bois. Ses dimensions et sa géométrie sont étroitement liées à sa fonction dans l'arbre. La fibre (ou trachéide) est l'élément le plus étudié. Une partie des propriétés peut s'expliquer par la géométrie que l'on peut caractériser par la longueur, le diamètre et l'épaisseur de la paroi.

Quelques études sur fibres isolées ou sur portions de fibres ont été réalisées. On peut citer les travaux de Mariaux et de Watanabe (Mariaux et Masseran 1985 ; Watanabe *et al.* 1998a) sur le retrait transverse dans la paroi et les travaux sur les propriétés élastiques de Bergander et Salmén (Bergander et Salmén 2000b, c) dans la direction transverse et de Mott et de Perez dans la direction de la fibre (Mott *et al.* 1996 ; Perez *et al.* 2000).



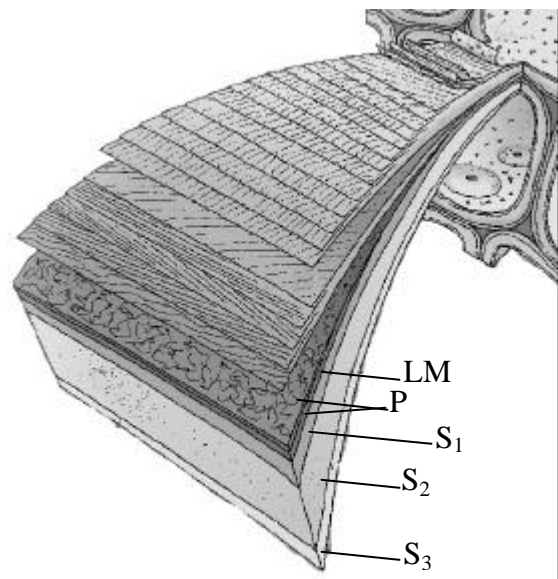
Pourtant, il est généralement nécessaire de décrire les composantes de la paroi pour comprendre les propriétés de la fibre.

II.5. Les couches de la paroi cellulaire²

La cellule ligneuse est un multicouche construit depuis l'extérieur vers l'intérieur. A l'intersection entre deux cellules on trouve la lamelle mitoyenne, puis une couche primaire et une couche secondaire (divisée en trois sous couches).

II.5.1. La lamelle mitoyenne (LM)

La lamelle mitoyenne apparaît dès la division des noyaux comme une fine membrane séparant deux cellules filles. Initialement surtout constituée de substance pectique, elle se charge ensuite en lignine au cours de la différenciation. La lamelle mitoyenne a un rôle prépondérant dans la contribution aux propriétés mécaniques puisque c'est elle qui fait le lien entre les différentes cellules. On peut noter par exemple que l'attaque préférentielle de cette couche par certains champignons diminue sensiblement la résistance mécanique de ces bois attaqués.



II.5.2. La paroi primaire (P)

Cette paroi très fine apparaît dès la fin de la division cellulaire. Elle est constituée de plusieurs couches de microfibrilles de cellulose enchevêtrées dans lesquelles se déposent des lignines, des hémicelluloses et des substances pectiques (la lignification n'apparaît qu'à la fin du développement de la paroi). A l'état vert, cette couche contient énormément d'eau ; ainsi, alors que son épaisseur est déjà très faible (~ 0,1 µm), le retrait au séchage peut réduire son épaisseur jusqu'à 0,03 µm.

² d'après Keller 1994

L'absence d'organisation préférentielle dans ces deux premières couches en fait des couches aux propriétés isotropes. L'ensemble constitué de la lamelle mitoyenne et des parois primaires de deux cellules adjacentes est parfois appelé "lamelle moyenne".

II.5.3. La paroi secondaire

Lorsqu'elle atteint sa dimension définitive, la cellule dépose sur la paroi primaire une couche plus épaisse contenant une forte proportion de cellulose. Par sa structure et son volume, elle constitue la partie de la cellule la plus résistante mécaniquement.

La paroi secondaire présente une structure en couches déposées successivement, dans lesquelles les microfibrilles de cellulose s'orientent en structures parallèles. Entre les microfibrilles de cellulose, des hémicelluloses et des lignines se déposent à la manière de substances incrustantes.

Généralement, la paroi secondaire se compose de trois couches : S_1 , S_2 et S_3 . Dans les fibres de bois de tension de certains feuillus, une couche gélatineuse ou couche G vient s'ajouter ou remplacer la couche S_3 et partiellement ou totalement la couche S_2 .

II.5.3.1. S_1

Dans la couche S_1 , les microfibrilles de cellulose sont disposées en hélices dont l'orientation est alternée (S et Z). L'angle des microfibrilles par rapport à la verticale est de l'ordre de 60 à 80°. La structure de la couche est lamellaire (3 à 6 lamelles). Son épaisseur est de 0,1 à 0,35 μm pour représenter 5 à 10 % de l'épaisseur totale de la paroi. Cette couche a une importance considérable dans la résistance mécanique du bois transversalement à la direction des fibres ; la structure en réseau croisé formant comme une coque autour des couches internes.

II.5.3.2. S_2

La couche S_2 constitue la partie la plus volumineuse de la paroi, son épaisseur pouvant varier de 1 à 10 μm , elle représente généralement 75 à 85 % de la paroi. Elle est formée d'une organisation dense de lamelles de microfibrilles de cellulose en hélice parallèle dont l'angle par rapport à l'axe de la cellule est de l'ordre de 5 à 30° dans le bois normal et peut monter à 45° dans le bois juvénile et le bois de compression. L'importance quantitative de cette couche en fait l'élément majeur de la compréhension des propriétés physico-mécaniques du bois. L'angle des microfibrilles dans cette couche a notamment une forte influence sur la rigidité du matériau et son retrait dans les 3 directions. De nombreuses études ont confirmé la forte influence de l'angle des microfibrilles dans la S_2 sur les propriétés mécaniques et le retrait au séchage.

II.5.3.3. S_3

Dans la couche S_3 , les microfibrilles sont aussi disposées en lamelles, mais sont moins strictement parallèles entre elles que dans la S_2 . Leur orientation générale est de 60 à 90° par rapport à l'axe de la cellule. Cette couche est relativement mince (0,5 à 1,1 μm), elle assure cependant un rôle important pour le renfort de la cellule en la protégeant contre le flambement en cas de mise en compression.

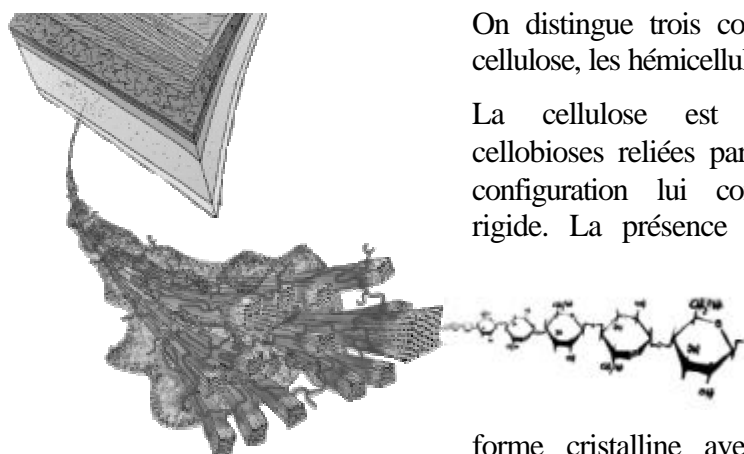
II.5.3.4. G

La couche gélatineuse est généralement présentée comme faiblement liée au reste de la paroi (Norberg et Meier 1966 ; Côté *et al.* 1969), elle est composée de microfibrilles de cellulose faisant un angle quasi nul avec la verticale (Fujita *et al.* 1974 ; Chaffey 2000). La cellulose y est "à haut degré de cristallinité" (Norberg et Meier 1966 ; Côté *et al.* 1969). La composition

chimique reste sujette à controverses, certains la présentent comme purement cellulosique (Norberg et Meier 1966) et d'autres supposent la présence d'autres composés polysaccharidiques (Faruya *et al.* 1970 ; Scurfield 1972) et notamment de galactose (communication personnelle K. Ruel 2001). Bentum cite aussi quelques cas où aurait été détectée une couche G "légèrement lignifiée" (Bentum *et al.* 1969). La présence de lignines est confirmée par K. Ruel (communication personnelle 2001).

La structure de la couche G a d'abord été décrite sous forme lamellaire ou alvéolaire (Wicker 1979) dans laquelle les espaces entre les lamelles sont occupés par des substances capables de gonfler ou de se rétracter. Ces hypothèses de structure hétérogène ont ensuite été remises en cause pour proposer une structure homogène de la couche (Norberg et Meier 1966 ; Côté *et al.* 1969). Dans la direction longitudinale, Chow (Chow 1946) note la présence de discontinuités obliques dans la couche.

II.6. Molécules constitutives et organisation dans la paroi³



On distingue trois constituants majeurs dans la paroi : la cellulose, les hémicelluloses et les lignines.

La cellulose est un polymère composé d'unités cellobioses reliées par des liaisons β -glucosidiques. Cette configuration lui confère une organisation linéaire et rigide. La présence de nombreux groupements OH en périphérie facilite l'organisation de ces chaînes qui se regroupent en amas pour former des bâtonnets de cellulose. Dans ces bâtonnets, la cellulose est sous forme cristalline avec localement des zones amorphes.

Le degré de cristallinité de la cellulose dans le bois est de l'ordre de 60 à 70 %. La forte rigidité des chaînes de cellulose est en grande partie responsable de la forte rigidité en traction du matériau bois. Dans les zones amorphes et sur les faces externes des bâtonnets, la cellulose est hydrophile et contribue aux phénomènes de retrait-gonflement.

Les hémicelluloses ont une structure de base proche de la cellulose, mais les chaînes principales sont plus courtes et le plus souvent ramifiées par des polyoses. Ces ramifications empêchent un arrangement cristallin tel qu'on l'observe pour la cellulose. Les fibrilles y sont flexibles et peuvent se déposer autour des bâtonnets de cellulose. Par définition, les polysaccharides de la paroi qui sont extractible par des solutions alcalines. Les hémicelluloses sont très hydrophiles et jouent un rôle important dans le retrait au séchage.

Les lignines sont des polymères polyphénoliques à haut poids moléculaire. Elles ne sont généralement pas simplement déposées entre les polysaccharides, mais elles y sont liées et associées. Les lignines ont un rôle majeur dans les propriétés mécaniques du bois.

L'organisation de ces trois composants majeurs dans la paroi n'est pas encore parfaitement connue. Plusieurs auteurs (Preston, Marchessault, Kerr et Goring et Fengel cités par Fengel et Wegener 1984) ont proposé des modèles d'organisation pour la paroi secondaire desquels on retiendra que les bâtonnets de celluloses se regroupent par lots pour former les microfibrilles. Les bâtonnets seraient séparés par de fines couches d'hémicellulose et/ou de cellulose désorganisée. Entre les microfibrilles, la cohérence serait assurée par une interaction forte

³ d'après Fengel et Wegener 1984.

entre cellulose et hémicellulose d'une part et entre hémicellulose et lignines d'autre part ; les hémicelluloses pouvant être disposées uniquement à l'interface avec la cellulose ou plus largement réparties en mélange avec les lignines.

Il semble cependant que l'organisation précise des constituants à cette échelle n'ait qu'une importance faible sur le comportement mécanique global du matériau bois (Salmén 2001).

Dans le cas de la couche gélatineuse, l'absence ou quasi-absence d'hémicelluloses et de lignines nous oblige à reconsidérer la question. Un seul composé est à prendre en compte. Seul le très fort taux de cristallinité et l'état de contrainte axiale permettent alors d'assurer la rigidité de la couche puisqu'il n'y a plus d'incrustation de lignines pour la cohésion.

La description du matériau bois à ses différentes échelles nous montre toute sa complexité. Afin d'avancer dans la compréhension des propriétés mécaniques et physiques du bois, le chercheur peut avoir recours à la modélisation. Les hypothèses formulées sur la structure ou les propriétés servent de base pour reproduire artificiellement le matériau à une échelle supérieure. La confrontation des résultats de la modélisation à l'expérience permet alors de valider (ou pas) les hypothèses de départ (Perré et Keller 1994).

III. MODELISATION DES PROPRIETES MECANIQUES ET DU RETRAIT AU SECHAGE DE LA FIBRE DE BOIS⁴

On peut se demander dans quelle mesure un modèle de fibre peut rendre compte des propriétés macroscopiques du bois. La fibre des feuillus (ou la trachéide pour les résineux) est le constituant principal du bois. Certaines propriétés ont un caractère additif, par exemple la masse volumique du bois va dépendre de la masse volumique de chaque constituant (fibre, vaisseau, rayon, ...) et de leur proportion. Ceci n'est pas le cas des modules d'élasticité par exemple, qui eux vont aussi dépendre de l'arrangement des constituants (Cave 1968).

Dans un premier temps, considérons un modèle uniaxial pour sonder la relation entre le comportement de chaque constituant et celui du bois. Considérons par exemple les fibres et les vaisseaux dans la direction longitudinale comme des ressorts avec une rigidité k et un potentiel de retrait α .

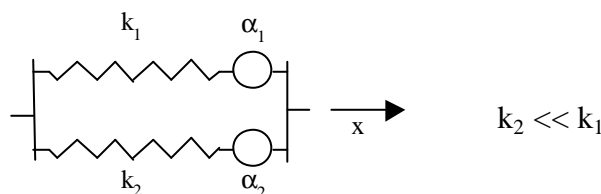


figure 3 : Modèle uniaxial de déformation induite par deux composants (l'indice 1 désigne les fibres et 2 les vaisseaux)

Les deux constituants suivent une loi avec déformations induites : $k_i (\Delta x_i - \alpha_i) = F_i$ (F_i = force appliquée sur l'élément i)

La loi de l'ensemble se déduit alors : $F = F_1 + F_2$ et $\Delta x = \Delta x_1 = \Delta x_2$ soit :

$$k (\Delta x - \alpha) = F \text{ avec } k = k_1 + k_2 \text{ et } \mathbf{a} = \frac{k_1 \mathbf{a}_1 + k_2 \mathbf{a}_2}{k_1 + k_2} \quad (1)$$

⁴ Ce paragraphe est inspiré du travail de Sassus 1998.

La rigidité des vaisseaux (constitués essentiellement de vide) étant très inférieure à celles des fibres, le comportement dans la direction correspondante à la mise en parallèle des deux (direction longitudinale) est quasiment celui des fibres. Ainsi, dans la direction longitudinale du bois, la rigidité et le retrait des fibres rendent compte avec une bonne approximation de la rigidité et du retrait macroscopique du bois. Il est important de noter que cette approximation n'est bonne que si les rayons ligneux sont petits ou peu abondants (ce qui est le cas de la plupart des résineux et de quelques feuillus comme le peuplier ou le châtaignier).

Dans la direction transverse il est indispensable de tenir compte de la disposition des parois des différents éléments. Cette analyse permet de prédire une anisotropie transverse du bois (Perré 2001). Il n'est donc pas réaliste de chercher uniquement par un modèle de fibre à rendre compte des propriétés transverses.

Cette étude portant essentiellement sur les propriétés du bois dans la direction longitudinale, l'utilisation d'un modèle de fibre pourra nous aider à interpréter nos observations et à formuler des hypothèses sur les comportements de la paroi.

De nombreuses approches ont été proposées pour modéliser la paroi cellulaire ; des plus simples considérant la paroi comme uniquement représentée par la couche S_2 composée d'un réseau microfibrillaire et d'une matrice englobant les autres composés amorphes aux plus complexes intégrant les différents constituants et leur organisation, les différentes couches de la paroi et les variations de propriétés des constituants au cours du séchage. Nous proposons par la suite de décrire les bases mécaniques de ces modèles par la présentation d'un exemple de modèle de fibre.

III.1. Structure

Dans une première approche, on peut considérer que la matière ligneuse des couches de la paroi cellulaire est constituée de deux matériaux de base : la matrice et le réseau microfibrillaire (Mark et Gillis 1973). La matrice regroupe l'ensemble des constituants macromoléculaires amorphes du bois, principalement les lignines. Elle inclut la cellulose non cristalline et les hémicelluloses, même si leur état peut être considéré comme organisé avec une direction préférentielle le long des microfibrilles de cellulose (Gril 1988) ainsi que les autres constituants minoritaires (extractibles). Le réseau microfibrillaire représente les microfibrilles de cellulose cristalline "pontées" par des liaisons hydrogènes.

Les deux composants sont "entrelacés" (figure 4). En mélange, il n'y a pas d'espace à l'échelle macroscopique où un seul des deux composants est présent, ce qui est le cas dans un matériau stratifié par exemple. La matrice constitue un ciment qui occupe l'espace entre les microfibrilles.

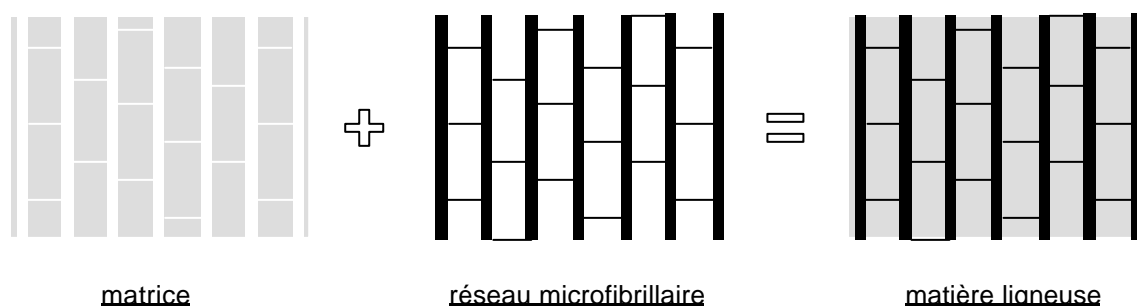


figure 4 : description de la couche comme l'entrelacement de la matrice et du réseau microfibrillaire (d'après Sassus 1998)

III.1.1. Comportement mécanique des constituants

La matrice et le réseau suivent des lois de comportement élastique de la forme :

$$s = C e \quad (2)$$

où s désigne le tenseur des contraintes, e le tenseur des déformations et C le tenseur des rigidités.

Si l'on considère maintenant les déformations induites par le retrait, les lois de comportement élastique avec déformations induites s'écrivent sous la forme :

$$s = C(e - a) \quad (3)$$

Le tenseur a est analogue à une déformation, il est appelé déformation potentielle. Lorsque la déformation exprimée e est égale à la déformation potentielle a , le processus ne génère aucune contrainte dans le matériau. L'exposant f désignera dans la suite le réseau microfibrillaire alors que m désignera la matrice.

La matrice est considérée comme un matériau isotrope :

- sa rigidité est définie par le module d'Young E_m , le coefficient de Poisson ν_m et le module de cisaillement :

$$G^m = \frac{E^m}{2(1+\nu^m)} \quad (4)$$

- sa déformation potentielle s'écrit comme un tenseur de déformation isotrope :

$$a^m = \alpha^m \mathbf{Id} \quad (5)$$

Le réseau microfibrillaire est décrit comme un matériau isotrope transverse (figure 5). Ses caractéristiques mécaniques sont données par :

- la direction l des microfibrilles qui permet de définir la direction principale et le plan isotrope (t),
- E_l^f le module d'élasticité dans la direction de la microfibrille, E_t^f le module d'élasticité dans le plan orthogonal aux microfibrilles, les coefficients de Poisson dans le plan tl ν_{tl}^f et dans la plan transverse ν_t^f ainsi que les modules de cisaillement G_{tl}^f et G_{tt}^f .

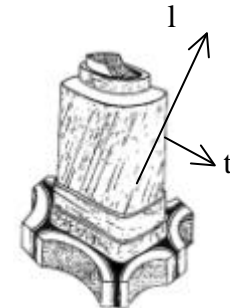


figure 5 : repère local de la microfibrille

La déformation potentielle est définie comme une déformation isotrope transverse α_{tt}^f et α_{ll}^f dans les directions principales, pour laquelle on suppose les déformations de cisaillement nulles.

III.1.2. Superposition des constituants

La matrice et le réseau microfibrillaire sont représentables par deux matériaux poreux superposés : le vide dans le réseau microfibrillaire est occupé par la matrice et vice versa (figure 6). On suppose que la superposition des deux matériaux est telle que leur déformation est la même et égale à la déformation de la couche et que la contrainte de la couche est la somme des contraintes de la matrice et du réseau microfibrillaire :

$$e = e^m = e^f \quad (6) \quad \text{et} \quad s = s^f + s^m \quad (7)$$

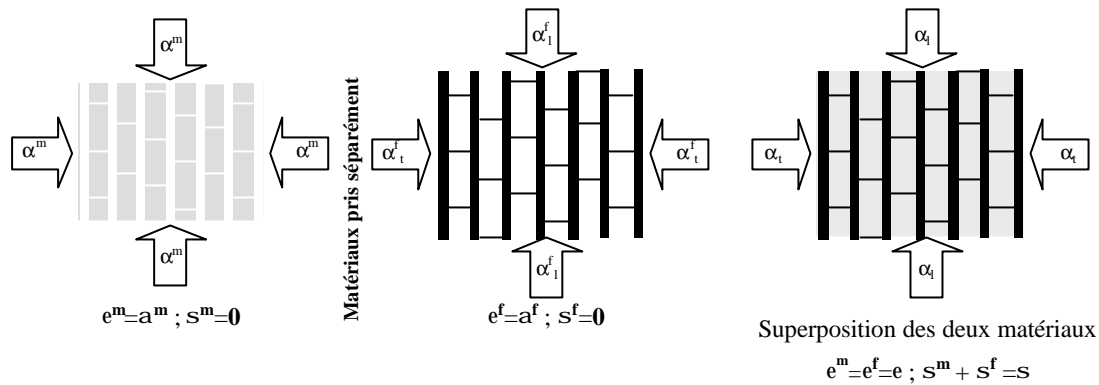


figure 6 : Schématisation du principe de superposition des deux constituants de la couche (d'après Sassus 1998).

Le principe de superposition des déformations et des contraintes permet d'écrire comme loi de comportement pour la couche :

$$s = C^f(e - a^f) + C^m(e - a^m) = C(e - a) \quad (8)$$

C'est aussi une loi de comportement élastique avec déformations induites. La rigidité et la déformation potentielle sont :

$$C = C^f + C^m \text{ et } a = C^{-1}[C^f a^f + C^m a^m] \quad (9)$$

III.2. Structure multicouche de la fibre de bois

III.2.1. Géométrie de la fibre de bois

La fibre peut être représentée par une succession de couches cylindriques coaxiales. La lamelle moyenne (M) et la paroi primaire (P) de faibles épaisseurs et majoritairement constituées de lignines peuvent être regroupées pour former la couche externe M+P. Viennent ensuite les parois secondaires S_1 , S_2 et S_3 plus riches en cellulose. La couche S_3 peut aussi être négligée car son épaisseur est très faible ou être remplacée par une couche gélatineuse dans le cas des bois de tension à fibre G.

III.2.2. Structure des parois

Les microfibrilles de cellulose ont une direction privilégiée dans les couches S_1 , S_2 et S_3 . Elles forment des hélices parallèles entre elles. L'angle de la tangente de l'hélice avec l'axe de la fibre est appelé angle des microfibrilles (AMF) dans la couche. Seul l'angle des microfibrilles dans la couche S_2 varie notablement en fonction de la nature du bois. Dans les autres couches, l'angle de microfibrilles est généralement considéré constant.

Une telle description permet de modéliser deux types de fibre (figure 7) :

- fibre de bois normal constituée de (M+P), S_1 , S_2 et S_3 . Ce modèle représente aussi la trachéide de bois de compression des résineux ou la fibre de bois de tension des espèces ne formant pas de couche gélatineuse dans leur bois de tension.
- fibre gélatineuse constituée de (M+P), S_1 , S_2 et G

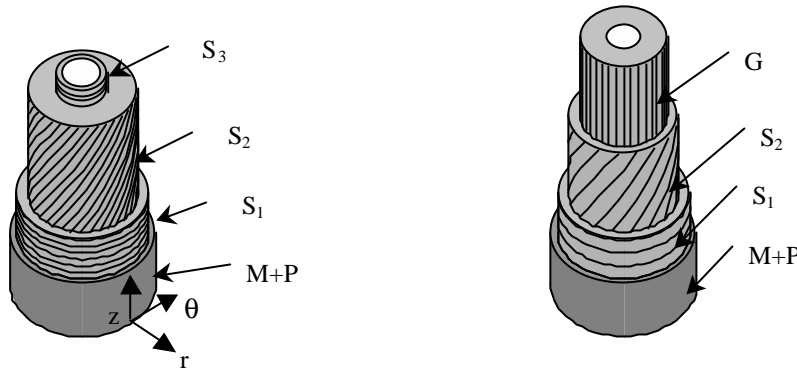


figure 7 : Géométrie du modèle de fibre. Gauche : modèle de fibre de bois normal à 3 parois. Droite : modèle de fibre gélatineuse à 4 parois

III.3. Restriction de cisaillement

Afin de rendre compte du comportement de la cellule dans le bois, il est important de tenir compte des blocages qu'exercent sur la cellule les cellules voisines. Il ne peut notamment pas y avoir de mouvement de torsion. Cette condition est appelée "restriction de cisaillement".

III.4. Données d'entrée du modèle

Le modèle mécanique ainsi construit permet de déterminer les propriétés élastiques et les déformations de la cellule en fonction de sa structure, c'est à dire des paramètres que sont la géométrie, la composition des différentes couches et les caractéristiques des constituants de la matière ligneuse. Il faut donc pouvoir déterminer avec précision les données d'entrée du modèle.

III.4.1. Dimensions

Les rayons des différentes couches peuvent être mesurés lors d'observations anatomiques. Pour augmenter la précision des mesures, il faudra veiller à réaliser les mesures dans l'état d'humidité dans lequel on cherche à modéliser la cellule car le retrait n'étant pas le même dans chaque couche (Mariaux 1987, 1989) la proportion des différentes parois pourrait être faussée.

III.4.2. Angle des microfibrilles

Plusieurs méthodes existent pour la mesure de l'angle des microfibrilles. Les mesures par diffraction des rayons X sont les plus pratiques mais elles donnent un angle moyen sur plusieurs cellules (Cave 1966, 1997a, b). Des mesures par micro-diffraction X sont aussi réalisables permettant de donner l'angle d'une cellule donnée (Lichtenegger *et al.* 1999). L'angle des microfibrilles peut aussi être observé sur coupes anatomiques tangentielles soit par microscopie photonique classique après déshydratation non ménagée ou traitement à l'azote liquide de la paroi (Combes *et al.* 1996) soit par microscopie confocale après réaction avec des immuno-marqueurs fluorescents (Chaffey 2000).

III.4.3. Proportion et localisation des constituants

La détermination de la proportion de chaque constituant dans la paroi est généralement une étape difficile. Les techniques de dosage peuvent être utilisées mais donnent une valeur moyenne sur un ensemble de cellules sans distinction des couches. Les techniques de coloration permettent, sans quantification, de localiser la présence de certains groupes de composés dans la paroi et d'estimer leur concentration relative (utilisées par exemple par Scurfield 1972). Des techniques beaucoup plus élaborées sont aussi disponibles pour une localisation précise dans la paroi des divers composés notamment par dépôt de marqueurs spécifiques. Ces techniques sont largement présentées dans la synthèse des travaux de K. Ruel (Ruel 1984).

III.4.4. Propriétés mécaniques des constituants

La mesure des propriétés mécaniques a fait l'objet de quelques études. Ces propriétés dépendent de l'état considéré (température et humidité) mais aussi de la méthode d'extraction.

III.4.4.1. Cellulose

Pour la cellulose (cristalline), les propriétés élastiques peuvent être déterminées expérimentalement ou théoriquement (plusieurs références dans Salmén 2001). La détermination expérimentale (Sakurada *et al.* 1962) a été réalisée par mesure de charge-déformation sur une fibre de ramie. Les déterminations par modèles théoriques sont basées sur l'organisation et les forces des liaisons chimiques. Une rigidité de la cellulose de 134-136 GPa semble assez réaliste (Salmén 2001).

III.4.4.2. Hémicelluloses

Pour les hémicelluloses, des mesures ont été réalisées sur des extractions de xylane et glucomannane mises en éprouvette par moulage (Cousins 1978). Les mesures ont été réalisées pour plusieurs états d'humidité. Dans ces conditions expérimentales, les hémicelluloses à sec ont un module de l'ordre de 8 GPa.

III.4.4.3. Lignines

De même que pour les hémicellulose, les données sur les modules de la lignine n'ont pu être mesurées qu'après extraction (Cousins 1976). On retiendra un module de l'ordre de 4 à 7 GPa pour la lignine à l'état sec dans ces conditions.

A la fois pour la lignine et les hémicelluloses, l'auteur pose tout de même la question de savoir "jusqu'à quel point sont applicables aux matériaux *in situ* les modules de lignine et d'hémicellulose isolées ?" (Cousins 1978). Il peut en effet y avoir lors de l'extraction, des changements de structure chimique et des changements de structure physique (organisation des composés). Les caractéristiques mécaniques des macromolécules dans le réseau peuvent ainsi être différentes de celles des macromolécules isolées. Notamment si l'on considère que leur organisation n'est pas aléatoire mais régie par l'orientation microfibrillaire autour de laquelle elles s'agencent. Notamment, il a été montré grâce à des études par spectrométrie Raman que les molécules de lignine auraient une direction privilégiée, avec le plan des noyaux aromatiques aligné dans l'axe des microfibrilles (Attala d'après une communication personnel de K. Ruel 2001).

III.4.5. Coefficients de retrait des constituants

Les potentiels de déformation des constituants de la paroi pendant le séchage sont difficilement estimables. La cellulose cristalline peut être considérée comme non affectée par les variations d'humidité. Son potentiel de retrait est donc considéré comme nul dans les deux directions (axiale et transverse). Pour les hémicelluloses, intimement liées à la cellulose, le retrait dans la direction des microfibrilles peut être considéré comme nul. Etant très hydrophile, son retrait est assez important dans la direction transverse (1,37 d'après Persson *et al.* 2000). Dans la modélisation, la lignine sera supposée isotrope (par rapport à la forte anisotropie de la cellulose) avec un retrait de 0,35 (Persson *et al.* 2000). L'auteur ne précise pas dans cet article les méthodes de détermination de ces coefficients.

III.5. Confrontation à l'expérience

Pour valider la modélisation et en caler les paramètres, les résultats de la modélisation doivent être comparés à des résultats expérimentaux. On se rend alors compte qu'il manque un maillon dans le passage des échelles puisque l'on part des propriétés des constituants et que les premières données expérimentales disponibles ne sont qu'à l'échelle de la cellule isolée

voire le plus généralement du tissu. La modélisation de l'agencement et de l'interaction des constituants ne peut pas être comparée à des propriétés à l'échelle de la paroi. De telles données expérimentales permettraient aussi une modélisation du passage Paroi-Cellule afin d'étudier l'interaction entre les couches qui jusque là sont supposées parfaitement adhérentes alors que certaines observations (notamment sur la couche G) permettent de se poser la question.

Il semble donc important de pouvoir proposer des outils pour une analyse des propriétés physico-mécaniques des parois de la cellule.

CHAPITRE 2 : PROPRIETES PHYSICOMECANIQUES DU BOIS A L'ECHELLE MACROSCOPIQUE ELEMENTAIRE EN LIAISON AVEC LA MISE EN PRECONTRAINT ET LA PRESENCE DE BOIS DE TENSION

Afin de comprendre les propriétés mécaniques et physiques du bois, il est intéressant de regarder quels sont les types de tissus qui contribuent à telle ou telle propriété. Nous nous intéresserons ici plus particulièrement à la direction longitudinale. Pour cela, des mesures de densité, de point de saturation des fibres, de retrait et de module longitudinal sont réalisées sur des éprouvettes de taille réduite de Châtaignier. Une observation anatomique des échantillons est ensuite réalisée.

Des mesures préalables de déformations résiduelles longitudinales de maturation (DRLM) sur les arbres sur pied ont permis un échantillonnage couvrant une large gamme de contraintes de croissance.

L'ensemble des mesures réalisées est récapitulé dans le tableau 2.

Arbres	2
Zones de prélèvement	8
Mesures de DRLM	8
Densité	96
Module saturé	96
Module sec	96
Retrait axial	96
Retrait tangentiel	96
Anatomie	96

tableau 2 : tableau synoptique des mesures réalisées

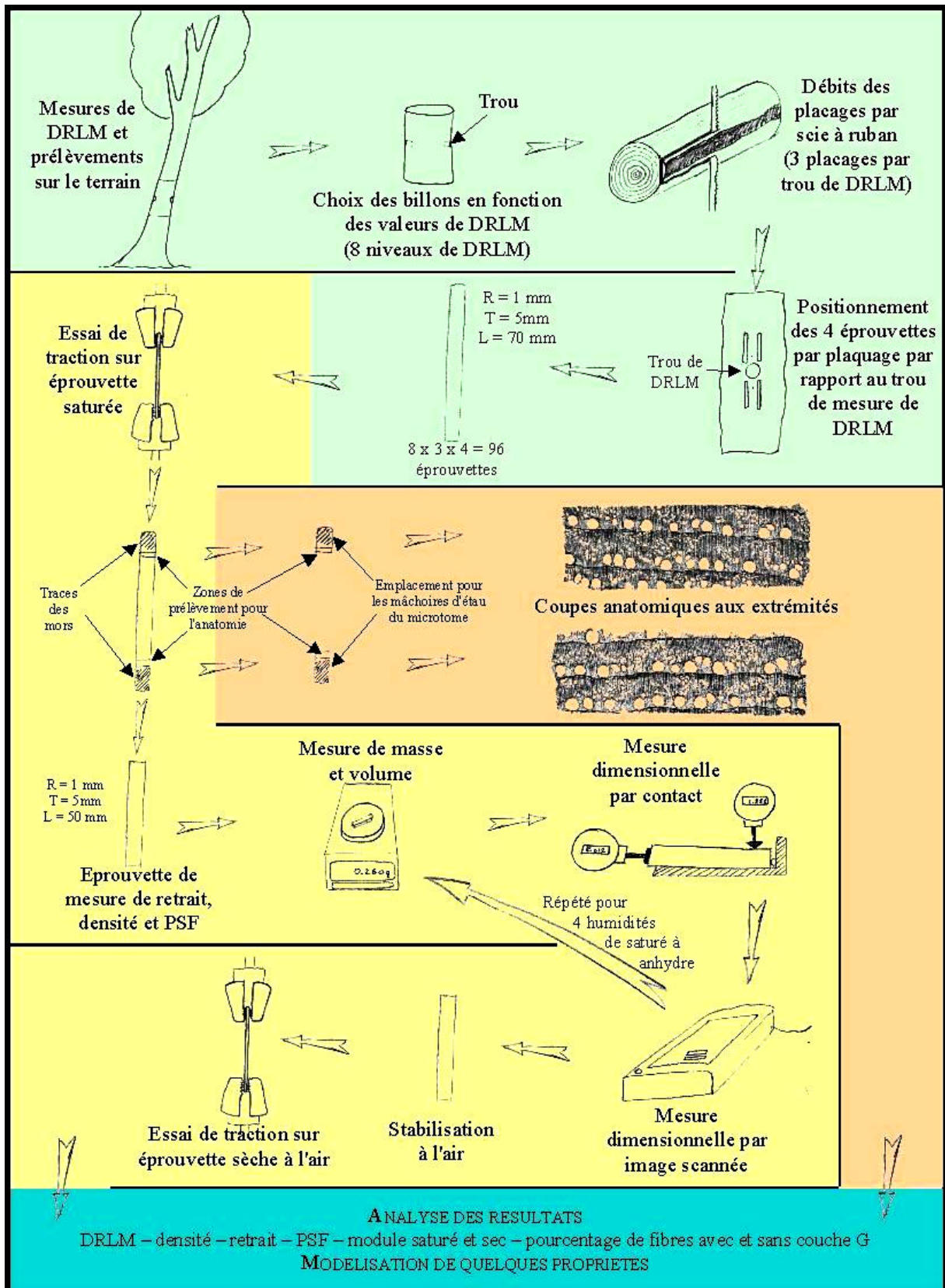
La figure 8 récapitule les différentes étapes décrites dans ce chapitre.

I. MATERIEL VEGETAL ET PREPARATION DES ECHANTILLONS

1.1. Matériel végétal

L'étude a été réalisée sur du bois de **châtaignier** (*Castanea sativa* Mill.). Cette essence est connue pour son aptitude à produire une couche gélatineuse dans les fibres de son bois de tension. Ce bois a un plan ligneux assez simple et ne possède que peu de parenchyme. Notamment, cette essence est pourvue de rayons ligneux unisériés. Ainsi, l'effet des rayons ligneux n'a pas été étudié et leur influence dans la contribution aux propriétés a pu être négligée.

Le châtaignier est un bon modèle de bois à zone initiale poreuse et présente l'avantage d'une bonne rectitude de fil. Il a été choisi dans la continuité des travaux de l'équipe qui s'intéresse à cette essence depuis ses débuts. Ce travail renforce une base de données sur ce bois en apportant notamment des mesures plus locales.



I. Matériel végétal et préparation des échantillons	III. Paramètres de microstructure
II. Mesure de propriétés macroscopiques	V. Analyse et discussion

figure 8 : Plan descriptif du chapitre II

1.2. Prélèvements

Les échantillons de châtaignier sont issus de deux brins de taillis de souche différentes prélevés dans une forêt au dessus du Vigan dans le sud de la France (propriété de Monsieur Guibal). Dans un premier temps, trois arbres d'une quinzaine de centimètres de diamètre ont été choisis *a priori* d'après leur forte courbure ou leur inclinaison prononcée en vue de récolter des éprouvettes contenant du bois de tension. Sur ces arbres, des mesures de DRLM (voir méthode § II.1) ont été réalisées pour plusieurs hauteurs sur les faces supérieures et inférieures (figure9).

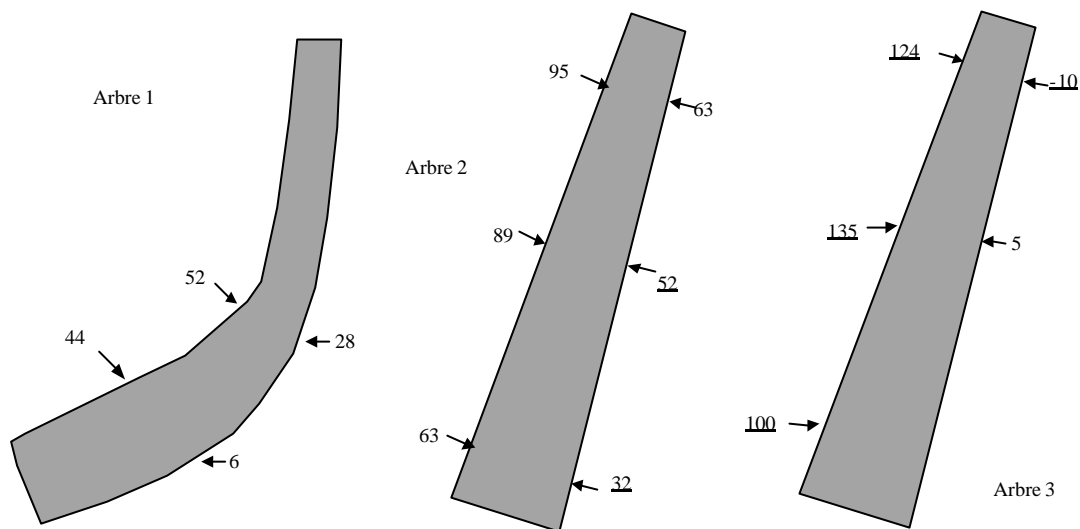


figure9 : Points de mesure et valeurs (en µm) des DRLM mesurées en fonction de la hauteur, de la courbure et de l'inclinaison des arbres pour le prélèvement en châtaignier.

Les valeurs faibles de DRLM trouvées dans l'arbre 1 font penser, vu sa forme, que sa croissance est faible. Seuls les arbres 2 et 3 seront donc échantillonnés en choisissant 8 zones couvrant la plus large gamme de valeurs de DRLM (valeurs soulignées sur la figure9).

1.3. Dimensionnement des éprouvettes et usinages

Le dimensionnement des éprouvettes ($1 \times 5 \times 50$ à 75 mm^3) a été optimisé pour permettre des mesures aussi locales que possible tout en restant dans des dimensions autorisant les mesures des propriétés physiques et mécaniques dans la direction axiale, sans mise au point d'outils spécifiques, sur un nombre important d'échantillons.

Les déformations de retrait de séchage étant de l'ordre de quelques pour mille dans le bois normal à quelques pour cent dans le bois de tension (Clarke 1937 ; Chow 1946), les éprouvettes doivent être suffisamment longues pour que les déformations soient mesurables (une éprouvette de 50 mm suivant L permet de prévoir des déformations de 5 à quelques dizaines de microns).

Le bois étant composé en grande majorité de cellules dont le rapport longueur (dans la direction L) sur diamètre (plan RT) est grand, cette grande dimension dans la direction L n'accroît que très faiblement l'hétérogénéité des tissus qui composent l'éprouvette.

Ces éprouvettes "petites" permettent une mesure locale des propriétés. La mesure de DRLM étant une mesure macroscopique, il semble important d'avoir un nombre élevé d'échantillons autour de chaque point de mesure de DRLM pour estimer la variabilité des propriétés et des

tissus autour de ces points de mesure. En contrepartie, seulement quelques zones peuvent être examinées.

Les débits sont réalisés au moyen d'une scie à ruban équipée d'un guide motorisé. Ce dispositif permet l'obtention de placages sciés de 1 à 1,5 mm d'épaisseur. Trois placages successifs sont réalisés à proximité de chaque point de mesure. Ces placages sont respectivement approximativement à 1, 3 et 5 mm de profondeur radiale depuis l'écorce.

Ce protocole d'usinage a été préféré au placage par déroulage employé plus couramment pour ce type d'échantillons (Baillères 1994 ; Sassus 1998), car le processus de déroulage génère inévitablement des fissurations dans la direction radiale-tangentielle (Thibaut 1988). Ces fissurations représentent un à deux tiers de la section (figure10) sur un placage de 1 mm (observation personnelle sur les éprouvettes de hêtre ayant servi aux travaux de François Sassus (Sassus 1998)).

Ces fissures posent de réelles difficultés lors des coupes anatomiques et gênent considérablement l'observation des structures par analyse d'image. Enfin, bien que ces fissures se propagent dans la direction RT, on peut se demander si l'absence de cohésion entre les cellules le long de ces fissures n'affecte pas les propriétés de retrait et de rigidité mesurées.

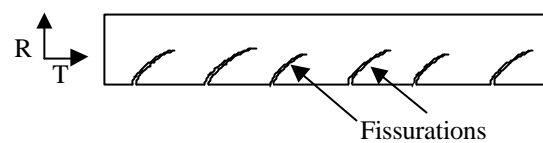


figure10 : schématisation des fissurations sur une section d'un placage déroulé.

Sur ces placages, 4 éprouvettes de 5 x 70 mm² sont usinées sur une mini-scie circulaire. Dans un premier temps, une première découpe est réalisée dans la direction longitudinale par fendage. Ceci permet d'assurer un prélèvement dans la direction des fibres. La surface fendue est ensuite rectifiée par sciage et le parallélisme avec la face opposée est assuré par guidage en appui plan sur une glissière latérale (figure11).

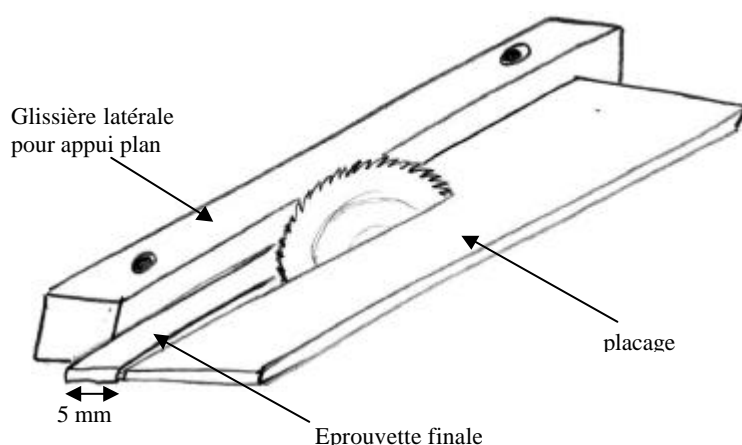


figure11 : débit des éprouvettes sur la mini-scie circulaire

De leur prélèvement en forêt à la fin des usinages, les échantillons sont maintenus dans l'eau.

L'échantillonnage est ainsi constitué de 96 éprouvettes de châtaignier réparties autour de 8 valeurs connues de DRLM.

II. MESURE DE PROPRIETES MACROSCOPIQUES

II.1. Déformations Résiduelles Longitudinales de Maturation

II.1.1. Méthode de mesure

Il s'agit de mesurer le déplacement instantané entraîné par l'annulation des contraintes en périphérie de l'arbre (Sassus 1998). La méthode utilisée est celle du "trou unique" (figure12).

La méthodologie de la mesure est la suivante :

1. l'arbre est écorcé à l'endroit de la mesure,
2. deux pointes alignées dans la direction des fibres sont plantées à l'aide d'un gabarit,
3. un bâti portant un comparateur micrométrique est placé sur les deux pointes, le comparateur est mis au zéro,
4. un trou de 20 mm de diamètre est percé entre les deux pointes, d'une profondeur suffisante pour que la valeur du comparateur se soit stabilisée (~ 20 mm).

L'écartement des pointes évolue rapidement au début puis se stabilise après une profondeur de trou variant entre 10 mm et 20 mm. La mesure finale du comparateur (en μm) correspond au déplacement relatif des deux pointes, engendré par la relaxation immédiate des contraintes à la surface du trou. Elle est appelée déformation résiduelle longitudinale de maturation (DRLM). On peut noter l'abus de langage lorsque dans notre cas la DRLM est donnée en micron, il s'agit en fait d'un déplacement et non d'une déformation.

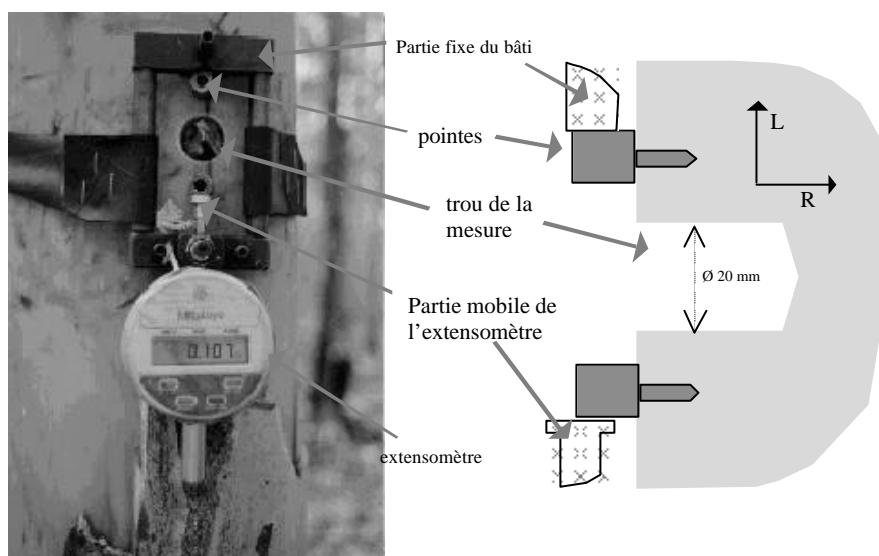


figure12 : photo et description schématique de la mesure de la déformation longitudinale de maturation (d'après Sassus 1998)

Pour une hauteur donnée, deux points de mesure de DRLM sont réalisés : un sur la face inférieure et un sur la face supérieure (où l'on s'attend à un bois plus tendu donc une valeur forte de DRLM).

II.1.2. Résultats

Les résultats des mesures de DRLM sont récapitulés dans le tableau 3

arbre	1	1	1	1	2	2	2	2	2	2	3	3	3	3	3
DRLM (μm)	44	6	52	28	63	32	89	52	95	63	124	-10	135	5	100

tableau 3 : récapitulatif de l'ensemble des valeurs de DRLM mesurées sur les 3 châtaigniers (les cases grisées correspondent aux points retenus pour le reste des mesures).

II.2. Densité

La densité est un paramètre important puisqu'il rend compte de la quantité de matière d'un échantillon. Cette densité est notamment un indicateur de la rigidité du bois (Guitard et El Amri 1987). Sur des petites éprouvettes telles que celles utilisées dans ce travail, une grande variabilité est prévisible, suivant que l'éprouvette est prélevée sur du bois initial ou du bois final, notamment pour le châtaignier qui est un bois à zone initiale poreuse.

II.2.1. Matériel et méthode

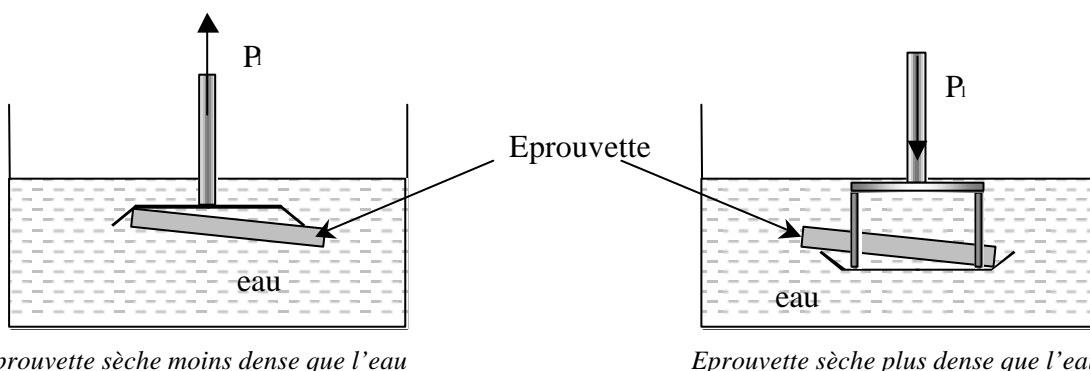
La masse des échantillons est mesurée à l'aide d'une balance de marque Sartorius de précision 0,001 g.

Le volume est mesuré par la méthode de la poussée d'Archimède ou méthode de la double pesée (figure13), une première pesée de l'échantillon est effectuée dans l'air et une seconde dans l'eau. Pour cela l'éprouvette est placée sur une coupelle si elle est saturée (plus dense que l'eau) et sous une cloche si elle est à l'état anhydre (moins dense que l'eau pour nos essences). La poussée de l'échantillon dans l'eau est mesurée comme la variation de masse enregistrée par la même balance que précédemment.

Le volume est déterminé par la formule :

$$\text{Volume} = (M_a - M_e) / \rho_{\text{eau}}$$

avec M_a masse de l'échantillon dans l'air, M_e masse de l'échantillon dans l'eau et ρ_{eau} la densité de l'eau à la température de travail.



Eprouvette sèche moins dense que l'eau

Eprouvette sèche plus dense que l'eau

figure13 : mesure de masse dans l'eau pour la mesure de volume par la méthode de la poussée d'Archimède.

II.2.2. "Les densités" et leurs incertitudes

Plusieurs définitions peuvent être données pour définir la densité du bois :

II.2.2.1. Densité saturée

$$\rho_{\text{sat}} = \text{masse saturée} / \text{volume saturé}$$

La mesure de la masse saturée est une source d'erreur importante puisque la masse va dépendre de la quantité d'eau libre à la surface de l'échantillon. Pour minimiser cette erreur, les faces de l'échantillon doivent être essuyées avec un papier absorbant. Une autre source d'erreur peut provenir d'une mauvaise saturation de l'échantillon. Pour cela, même si l'échantillon est à l'état vert, il faudra lui faire subir des cycles de pression et vide. Enfin, l'ensemble des résultats de cette mesure sera compris entre la densité de l'eau (1 g/cm^3) et celle de la matière ligneuse ($1,5 \text{ g/cm}^3$). Cette faible dynamique rend encore plus dangereuses les erreurs expérimentales.

II.2.2.2. *Densité à 12% (sec à l'air)*

$\rho_{12\%}$ = masse à 12% / volume à 12%

Cette mesure est intéressante puisqu'elle correspond aux conditions du bois lors de sa mise en œuvre. En revanche, il est difficile d'assurer une humidité de stabilisation précisément à 12% pour l'ensemble des échantillons afin que les mesures soient comparables. En effet, pour une humidité de l'air donnée, deux échantillons peuvent se stabiliser à deux humidités différentes. Notons aussi l'erreur qui peut intervenir lors de la mesure de volume puisque l'échantillon sec a tendance à reprendre de l'eau. Cette reprise d'eau sera d'autant plus importante que le bois étudié comprend des vaisseaux de gros diamètre (ce qui est le cas du châtaignier quand il ne sont pas bouchés par des tyllés). Une dernière source d'erreur peut intervenir si de l'air vient se fixer à la surface du placage par effet de tension de surface. Ce dernier problème peut être évité en plongeant brièvement le placage dans l'eau avant la pesée et en frottant ses parois (avec les doigts ou un pinceau) mais cette opération ne fait qu'aggraver le problème de pénétration.

II.2.2.3. *Densité anhydre*

ρ_0 = masse anhydre / volume anhydre

La stabilisation d'un échantillon à l'état anhydre est aisée. L'échantillon est maintenu dans une étuve à 103°C pendant plusieurs heures jusqu'à ce que l'on n'observe plus de perte de masse.

La ré-humidification étant plus lente pour le bois anhydre que pour le bois à 12 %, le problème de la mesure du volume anhydre est moins critique mais peut être une source d'erreur.

II.2.2.4. *Infradensité*

ρ_0 = masse anhydre / volume saturé

Cette "densité minimum" bénéficie d'une erreur de mesure minimum puisque masse anhydre et volume saturé sont deux mesures où les sources d'erreur expérimentales sont minimales.

C'est cette définition que nous utiliserons dans le reste de cette étude.

II.2.3. Résultats

Les résultats des mesures d'infradensité réalisées sur 96 éprouvettes de châtaignier sont résumés dans le tableau 4.

Valeur minimum	Valeur moyenne	Valeur médiane	Valeur maximum	Ecart type
0,322	0,458	0,458	0,603	0,054

tableau 4 : données statistiques sur les infradensités (en g/cm³) mesurées sur châtaignier.

Les éprouvettes de châtaignier de très faible densité ont été prélevées dans une zone de très faible croissance (photo 1A). Quant aux éprouvettes de forte densité, elles sont prélevées dans une zone de forte croissance avec production de fibres à paroi gélatineuse (photo 1B).

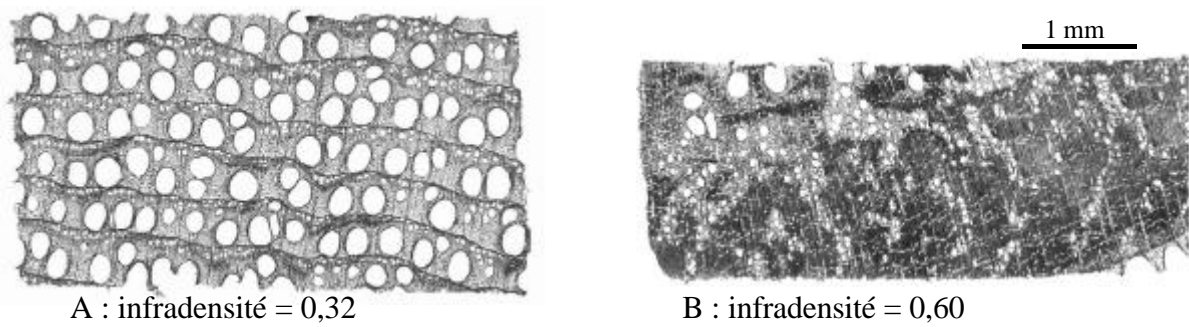


photo 1 : coupes anatomiques des éprouvettes de châtaignier d'infradensité minimum (A) et maximum (B).

En comparaison à la diversité des densités dans les bois (de $0,10 \text{ g/cm}^3$ pour le balsa à $1,30 \text{ g/cm}^3$ pour l'amourette) cette essence se situe dans la gamme intermédiaire. Quant à la large gamme de densité rencontrée, elle s'explique par la taille des éprouvettes qui a permis d'isoler des tissus de porosités très différentes.

Enfin, nous pouvons remarquer un léger effet de la profondeur du prélèvement sur la densité (figure14). On observe une baisse de la densité à proximité de l'écorce. Ceci pourrait s'expliquer une fois encore par la taille des éprouvettes qui a permis un prélèvement de part et d'autre de la zone de transition entre l'aubier et le duramen. Dans la zone duraminisée, la présence d'extraits a tendance à augmenter la densité.

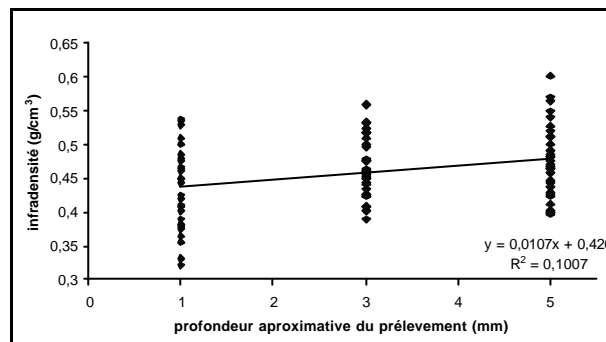


figure14 : effet de la profondeur du prélèvement sur l'infradensité.

II.3. Module d'élasticité longitudinal en traction

II.3.1. Matériel et méthode

Les essais sont réalisés sur les éprouvettes à l'état saturé et sec à l'air. Le placage est placé sur une machine d'essai mécanique (DARTEC). Il est serré entre deux mors auto-serrants (i.e. plus l'effort de traction est important, plus l'effort de compression du mors sur l'échantillon est important). Un extensomètre mesure le déplacement entre deux "couteaux" pincées sur le bois (figure15A).

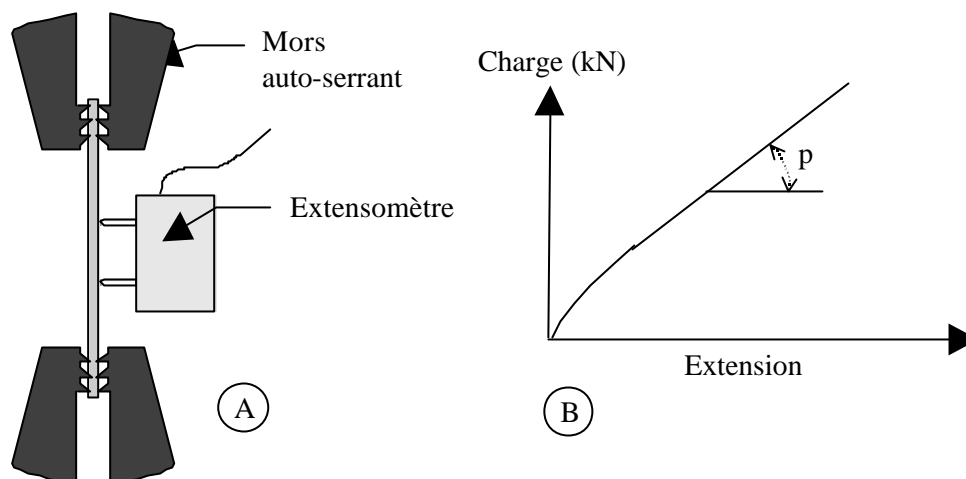


figure15 : Essai de traction dans la direction des fibres du placage (d'après Sassus 1998).

Sur les éprouvettes déformées par le séchage, les courbes extension/charge sont difficiles à exploiter : une traction uniaxiale sur un placage courbé induit une flexion en plus de la traction et nécessite un capteur sur chaque face (ce dont nous ne disposons pas), pour être correctement interprétée.

Dans la partie linéaire de l'essai (figure15B), les champs de contrainte σ et de déformation ε sont supposés homogènes dans la zone de mesure de l'extensomètre. Le module d'élasticité longitudinal E_L est alors :

$$E_{LL} = \frac{\sigma_{LL}}{\varepsilon_{LL}} = p \frac{l_0}{S} \quad (10)$$

avec p : pente de la courbe extension/charge,

l_0 : base de mesure de l'extensomètre (10 mm),

S : section du placage (supposée homogène, mesurée au centre de la mesure).

La mise sous tension s'effectuait à la vitesse de $5 \mu\text{m/s}$ jusqu'à une déformation de 0,2% à l'état saturé et 0,1% à l'état sec. Le retour était piloté en charge (5 N/s) jusqu'à 0 N. Ces valeurs ont été déterminées d'après des essais expérimentaux sur des éprouvettes témoins de manière à s'assurer de rester dans la partie linéaire et surtout à être loin de l'endommagement puisque les éprouvettes devaient être réutilisées pour des essais complémentaires.

Le capteur de force est de capacité $\pm 25 \text{ kN}$, le constructeur annonce une précision de 1% en pleine échelle. Utilisant le capteur bien en dessous de sa plage de fonctionnement optimum (force maximum de l'ordre de la centaine de Newton), une calibration pour les faibles forces a été réalisée en mesurant la force pour des masses suspendues de 5 à 50 kg. On constate de manière reproductible une parfaite linéarité et un bon étalonnage. On peut donc considérer l'erreur sur la mesure de l'ordre de la précision de l'affichage lors de l'étalonnage : $\pm 0,001 \text{ kN}$.

L'extensomètre a une longueur utile de 10 mm et permet de mesurer des allongements de $1 \mu\text{m}$ soit une erreur sur la déformation de 0,01 %

La précision sur la mesure de la section est estimée à $5 \mu\text{m}$ par côté soit une erreur de 0,5 % sur la mesure d'épaisseur et 0,1 % sur la mesure de largeur de l'éprouvette.

On en déduit une erreur globale sur la mesure inférieure à 3 %.

Lorsque les courbes extension/charge mettent en évidence une partie linéaire suffisante, l'erreur de mesure du module d'élasticité est faible. Lorsque cela n'a pas été le cas, l'essai n'a pas été pris en compte.

II.3.2. Résultats

Le module d'élasticité étant fortement lié à la densité de l'éprouvette, nous présentons aussi un module spécifique qui est le rapport du module par l'infradensité (D_I) de l'éprouvette. Ce module spécifique est plus représentatif de la rigidité de la matière ligneuse.

Les résultats des mesures sont récapitulés dans le tableau 5.

	E sat	Esat/ D_I	Esec	Esec/ D_I
min	2295	5445	2348	5826
moyenne	7529	16244	10017	21442
max	19226	32576	30388	60671
écart type	3166	5876	5174	9877

tableau 5 : données statistiques sur les mesures de module (en MPa) et de module spécifique (en MPa.cm³.g⁻¹) sur les éprouvettes de châtaignier saturé et sec à l'air

II.4. Retraits

La déformation de retrait au séchage est le rapport de la variation dimensionnelle entre l'état saturé et l'état anhydre sur la dimension à l'état saturé.

$$\varepsilon_R = (L_{\text{sat}} - L_0) / L_{\text{sat}} \quad (11)$$

Les déformations de séchage étant petites dans la direction longitudinale (de l'ordre du pour mille dans le bois normal), il s'agit de mesurer les échantillons avec un maximum de précision. Diverses techniques ont été mises au point pour accroître la précision de cette mesure (jauges de déformations, interférométrie laser...) mais ces techniques sont souvent assez coûteuse. Nous avons privilégié des techniques à faible coût.

II.4.1. Matériel et méthodes

L'état saturé des éprouvettes est assuré par le maintien des éprouvettes dans l'eau depuis leur prélèvement. L'état anhydre est obtenu par passage à l'étuve à 103°C pendant quelques jours.

II.4.1.1. Mesure par contact

1. Description de l'outil

Les bases de cette méthode ont été mises au point par François Sassus (Sassus 1998). Les dimensions tangentielle et longitudinales sont mesurées relativement à une référence (cale métallique). L'appareil de mesure est constitué de deux comparateurs (de type Mitutoyo) solidaires d'un système de positionnement des échantillons. Les points d'appui du placage sur le bâti sont :

- plan pour le bord dans la direction longitudinale,
- ponctuel pour le bord tangentiel (figure 16).

Deux comparateurs viennent s'appuyer sur les autres bords du placage par des contacts ponctuels sur le bord tangentiel et plan sur le bord longitudinal. La mesure est d'abord réalisée sur une cale en aluminium (de dimensions de l'ordre de celles des placages) dans des conditions de température constantes afin de s'affranchir des problèmes de dilatation thermique de la cale et du bâti. La largeur et la longueur des éprouvettes sont mesurées relativement à cette référence.

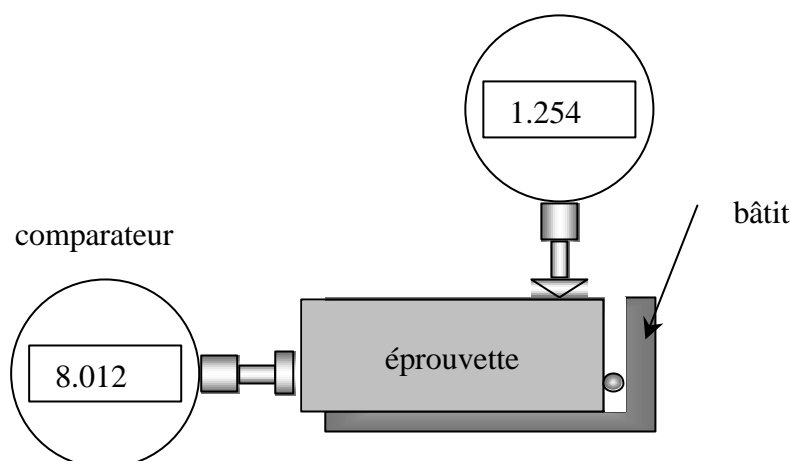


figure16 : mesure des dimensions du placage par la méthode de contact (d'après Sassus 1998)

La mesure par contact est rapide, elle nécessite le temps de caler le placage sur le bâti, l'acquisition se fait directement sur ordinateur. Ne disposant pas d'une cale calibrée, cette méthode permet de mesurer précisément les variations mais ne permet pas une mesure absolue de longueur.

2. Sources d'erreur

i. Précision des capteurs

La précision des comparateurs est de $3 \mu\text{m}$.

ii. Contacts capteur / échantillon / bâti

Une des sources d'erreur vient de l'erreur de repositionnement lors de la butée du capteur sur l'échantillon. Dans le cas d'un contact plan, la mesure est réalisée toujours sur la partie, la plus externe de l'échantillon dans la large zone du capteur. Dans le cas du contact ponctuel, c'est toujours la même position qui va être sondée, à condition que l'échantillon n'évolue pas. Le retrait du bois dans la direction tangentielle étant important, l'utilisation du capteur plan semble plus adéquat pour la direction longitudinale (figure17).

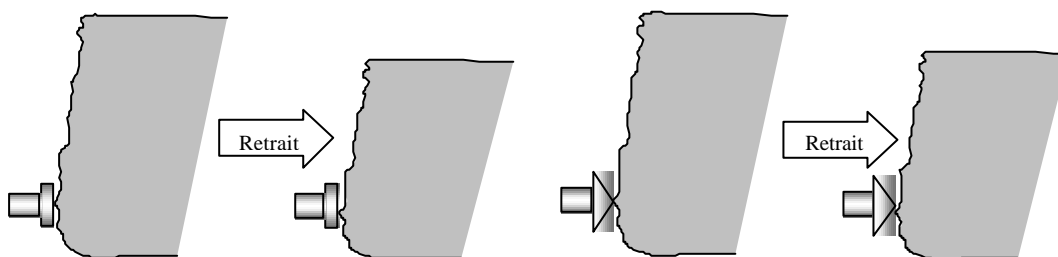


figure17 : influence du retrait transverse sur la mesure de retrait longitudinal : cas des contacts plan ou ponctuel

Pour la mesure dans la direction tangentielle, le retrait longitudinal étant faible, le contact ponctuel semble plus précis.

iii. Déformation des placages

Une autre source d'erreur vient du fait que la mesure est la projection à plat d'un échantillon qui lui n'est pas toujours plan. L'hétérogénéité de propriétés dans le placage peut entraîner des déformations non homothétiques ; par exemple le placage plan à l'état saturé sera courbé dans le plan LR à l'état anhydre (figure18).



figure18 : déformation d'un placage au séchage.

Pour limiter cette erreur, la flèche est réduite (presque annulée) en pressant le placage dans la mesure par contact.

Les placages peuvent aussi fléchir dans la direction tangentielle (figure19). Dans ce cas l'erreur dans la mesure de la largeur est la flèche e au niveau du comparateur. La flèche maximale (au milieu du placage) dépasse rarement 1 mm, cela représente une erreur de 6% dans le retrait tangentiel. Pour limiter la flèche prise en compte dans la mesure, le palpeur est placé le plus près possible de l'appui point (Sassus 1998).

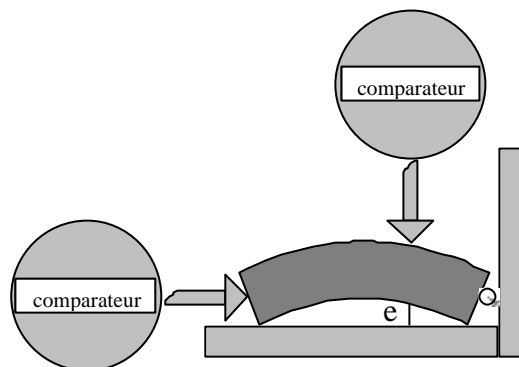


figure19 : flexion des placages dans le plan LT (Sassus 1998).

3. Erreur expérimentale

Sassus a estimé l'erreur expérimentale. La mesure est répétée 10 fois sur 32 placages dans l'état humide et sec. La moyenne des écarts-types des mesures sur un même placage ainsi que l'écart-type maximum sont reportés dans le tableau 6.

	L (μm)	T (μm)
Etat humide	$\Delta L_{\text{moy}}=7$	$\Delta T_{\text{moy}}=19$
	$\Delta L_{\text{max}}=10$	$\Delta T_{\text{max}}=60$
Etat sec	$\Delta L_{\text{moy}}=12$	$\Delta T_{\text{moy}}=35$
	$\Delta L_{\text{max}}=27$	$\Delta T_{\text{max}}=85$

tableau 6 : erreur de mesure des dimensions des placages par la méthode de contact (Sassus 1998)

L'erreur maximale cumulée sur la dimension longitudinale est de $37 \mu\text{m}$, ce qui correspond sur un placage de 50 mm à une variation dimensionnelle 0,7%. La variation dimensionnelle correspondant à l'erreur moyenne est de 0,2%. Dans la direction tangentielle, pour une largeur de placage de 15 mm l'erreur maximale correspond à une variation dimensionnelle de 1% contre 0,3% pour l'erreur moyenne.

Ces valeurs sont faibles. Comparativement pour le bois de tension, des valeurs de retrait longitudinal supérieur à 5% sont couramment énoncées dans la littérature. Pour le bois normal, le retrait longitudinal est de l'ordre de 2%. Cette valeur est critique par rapport à la précision de mesure des déformations longitudinales. Pour faire face à cette difficulté, un grand nombre d'échantillons est observé pour faire ressortir les tendances générales.

II.4.1.2. Mesure sur images scannées

Une éprouvette est numérisée sur un scanner. Un traitement par analyse d'image extrait les contours de l'objet sur l'image et une procédure permet de déterminer le rectangle équivalent à la zone détectée.

1. Avantages attendus de la méthode

Comme nous l'avons vu ci dessus, les mesures par la méthode par contact sont entachées d'une erreur liée au contact même. L'idée de la mesure sur image scannée est d'intégrer tout le bord de l'échantillon.

2. Matériel

Les éprouvettes pour les retraits L et T sont issues des éprouvettes utilisées pour les essais de traction. Ces éprouvettes sont retaillées aux deux extrémités pour avoir une dimension de 50 mm suivant L. Une légère pente est donnée aux faces RT de l'éprouvette pour éviter que le bord soit imagé en même temps que la surface (figure20). L'état de surface de la face inférieure de l'éprouvette qui sera scannée est ensuite rectifié par un léger ponçage.

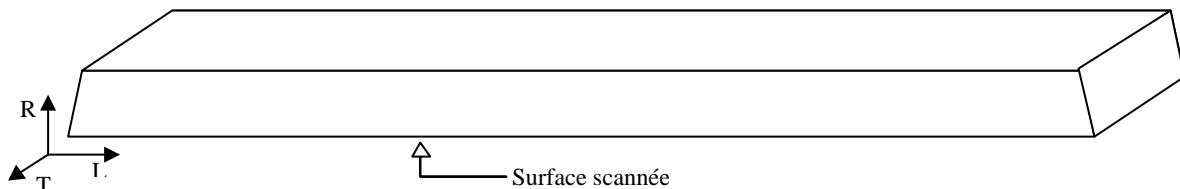


figure20 : schéma d'une éprouvette usiné pour la mesure du retrait par mesure sur image scannée

3. Méthode

i. Principe de la mesure

Dans le cas des échantillons pour les retraits R et T, la totalité de la surface est numérisée en veillant à toujours positionner l'échantillon de la même manière sur la plaque du scanner (direction tangentielle horizontalement).

Pour les retraits L et T, la mesure suivant T est obtenue directement pour chaque extrémité et la mesure suivant L est réalisée par comparaison à une cale de référence (figure21).

$$L_{\text{tot éch}} = L_{\text{tot réf}} - (L_{\text{g réf}} + L_{\text{d réf}}) + (L_{\text{g éch}} + L_{\text{d éch}}) \quad (12)$$

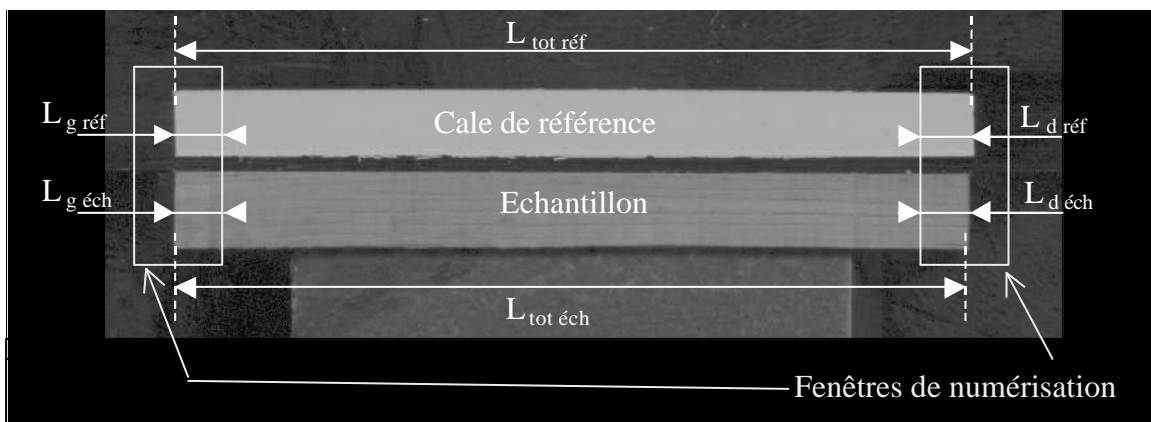


figure21 : principe de mesure des dimensions sur image scannée

ii. Acquisition de l'image

• *Outil et conditions expérimentales*

La numérisation de la surface des échantillons est réalisée sur un scanner commercial "haute résolution" de la marque EPSON. Le logiciel d'interface de la même marque permet de prédéfinir la ou les zone(s) à numériser, la résolution et la dynamique de niveaux de gris. Ce logiciel est appelé depuis un autre logiciel de gestion d'images permettant l'enregistrement automatique des images avec incrémentation du numéro accroché au nom.

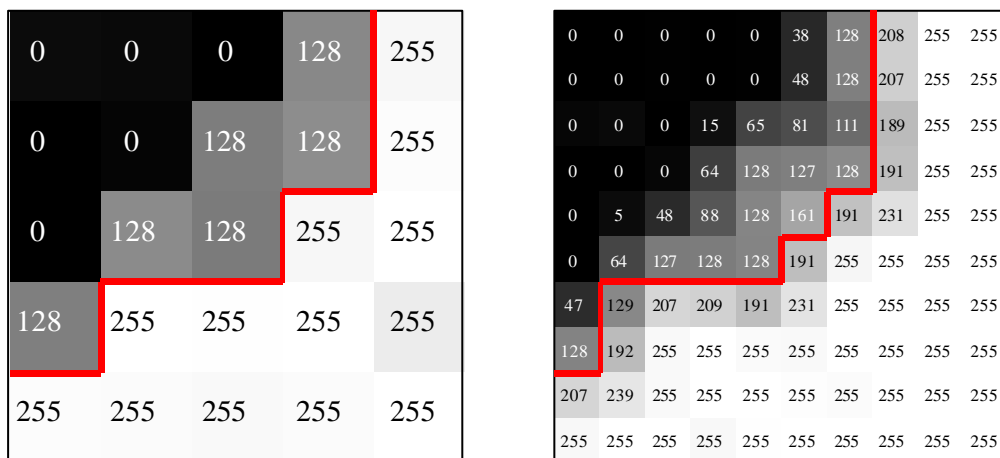
L'éclairage de l'échantillon se fait par la rampe. La numérisation se réalise à capot ouvert dans une pièce noire, ainsi l'échantillon est éclairé et le fond est noir (figure21). C'est ce contraste qui permettra de tracer le contour de l'échantillon.

Les forme, taille et position des fenêtres de numérisation sont mémorisées afin que les conditions restent identiques pour toutes les acquisitions.

L'échantillon est posé toujours au même endroit, parallèlement à la rampe pour une meilleure résolution dans la direction L. La zone correspondante est celle préconisée par le constructeur pour les acquisitions à forte résolution : proche du point de départ de la rampe et du côté de la glissière de déplacement. Ceci afin de minimiser les erreurs de dérive pendant l'avance de la rampe.

• *Résolution*

La résolution donnée par le constructeur est de 1200 x 2400 pixels par pouce (ppp). Cela signifie que la rampe de balayage est équipée de 2400 capteurs CCD par pouce (soit 944 capteurs par cm) et se déplace avec un pas minimum de un 1200^{ème} de pouce (soit 472 pas par cm). Ainsi la taille minimum du pixel est de 10,6 x 21,2 μm^2 . Cette précision est insuffisante pour les mesures que l'on veut réaliser. L'image est ensuite interpolée pour monter à 9600 ppp dans les deux directions (soit 2,64 μm par pixel). Cette technique permet d'augmenter artificiellement la résolution en créant des pixels dont le niveau de gris est donné d'après les pixels voisins. Cette technique a tendance à créer un flou, mais dans le cas d'une détection de contour, l'ajustement se trouve plus finement placé. Sur l'exemple ci-dessous, une image 5 x 5 pixel² est interpolée à 10 x 10 pixel². On observe que la limite de seuil contourne plus finement les formes. Pour une limite de seuil donnée, la surface occupée par les pixels "sombres" (niveau de gris inférieur ou égal à 128) passe de 48 unités d'air (ua) à 41 ua.



— : limite de seuil (seuillage entre les niveaux de gris 128 et 129)

figure22 : effet de l'interpolation sur la position d'une limite de seuil

La contrepartie de l'interpolation est que la taille du fichier image est considérablement alourdie. C'est ce qui explique que les mesures suivant L soient réalisées sur deux fenêtres d'observation.

- *Choix de la dynamique des niveaux de gris*

L'acquisition des images se fait en niveaux de gris. Le scanner numérise l'image sur 10 bits soit $2^{10} = 1024$ niveaux de gris. La figure23a donne l'histogramme de la répartition des niveaux de gris sur l'image. Puis l'image est enregistrée sur 8 bits (256 niveaux de gris) pour pouvoir être lue sur la plupart des logiciels d'imagerie (figure23b). Avant l'enregistrement de l'image, il est possible de borner la zone utile, i.e. la zone sur laquelle l'information de niveaux de gris est présente (figure23a), et ainsi d'augmenter la dynamique dans l'image finale. Ce bornage peut être fait une fois pour toutes ou recalculé automatiquement par le logiciel pour chaque acquisition. Afin de s'assurer que l'ensemble des images soit pris dans les mêmes conditions, la totalité de l'échelle de gris est prise en compte. Les 1024 niveaux sont donc redistribués sur 256 niveaux de gris. Il y a donc une perte de dynamique, mais il a semblé préférable de ne pas "tronquer" l'image pour disposer de l'ensemble des données brutes.

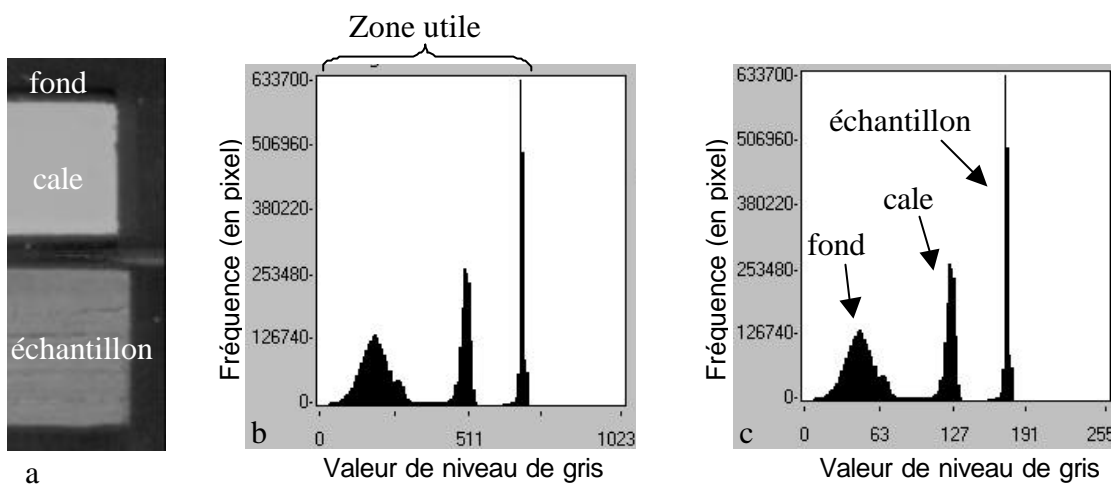


figure23 : exemple d'image (a) et son histogramme de niveaux de gris b : sur 10 bits, c : sur 8 bits.

iii. Traitement des images

- *Outil*

Une des premières préoccupation fut le choix d'un logiciel d'analyse d'image. Les logiciels commerciaux **Optimas** et **Visilog** et le logiciel **Micromorph** développé par le centre de morphologie mathématique de l'école de mines de Fontainebleau ont particulièrement attiré notre attention. Tous ces logiciels sont "ouverts", et permettent l'écriture de "routine" chacun dans leur langage de programmation. Les deux premiers ont pour avantage sur le dernier leur convivialité et la gestion rapide des tâches simples. Au final, nous avons opté pour **Optimas**, en raison de sa large utilisation par la communauté scientifique du bois (CEMAGREF, INRA, Cirad-Kourou, Laboratoire de Paléobotanique de l'Université Montpellier 2, Institut de Biologie de l'Université de Freiburg). Optimas est programmé en ALI (Analytical Language for Images) qui est un langage dérivé du C++.

- *Calibration spatiale*

En début de procédure, la correspondance est réalisée entre la résolution de numérisation (9600 ppp pour la mesure L, 2400 ppp pour la mesure RT) et la taille du pixel dans Optimas.

Ainsi l'ensemble des calculs s'effectue directement dans l'unité de calibration (en micromètre pour cette application).

- *Seuillage et détection de contours*

Il s'agit de trouver une méthode répétable de détection du contour de l'échantillon et de la cale. De la répétabilité de cette détection dépend la précision de la mesure.

Le bois ayant tendance à s'éclaircir entre l'état saturé et l'état sec (Dumoncaud 2001), il ne peut être fixé de valeur seuil unique pour l'ensemble des humidités. De plus, cette variation de couleur est propre à chaque échantillon voire chaque portion d'échantillon. La valeur doit donc être recalculée pour chaque image (Lahbabi 1995).

N'ayant pas accès aux algorithmes décrivant les seuillages automatiques proposés dans Optimas, il a été choisi de réécrire la procédure de seuillage de Lloyd d'après Ridler et Calvard utilisé par Lahbabi (Lahbabi 1995). Cette procédure se résume en 5 étapes :

- Choix d'une valeur arbitraire k de seuil (nous prendrons pour cette valeur le niveau de gris moyen calculé pour l'image).
- Par cette valeur de seuil, l'image est divisée en deux régions C_1 et C_2 .
- Les niveaux de gris moyens m_1 et m_2 et les nombres de pixels associés N_1 et N_2 sont calculés respectivement pour C_1 et C_2 .
- Une nouvelle valeur de seuil est donnée par

$$k = \frac{m_1 + m_2}{2} + \frac{m_1 - m_2}{2 \ln(N_1 + N_2)} \ln\left(\frac{N_2}{N_1}\right) \quad (13)$$

- Les trois dernières étapes sont répétées jusqu'à la stabilisation de la valeur.

L'algorithme de Ridler et Calvard ne diffère de celui-ci que par l'absence du second terme dans l'équation donnant k . Ce second terme a été rajouté par Lloyd pour prendre en compte que la probabilité pour un pixel d'appartenir à C_1 ou à C_2 est différente (Lahbabi 1995).

La détection du contour se fait le long de la ligne de seuil. Seule une restriction sur la surface des zones détectées permet que ne soient pas prises en compte d'éventuelles poussières venues se déposer sur la vitre.

- *Principe de calcul du rectangle équivalent*

Pour la zone détectée sont calculés : l'aire, le centre de gravité et les moments d'inertie I_x , I_y et I_{xy} (I_x : Inertie dans la direction X (i.e. par rapport à l'axe Y), I_y : Inertie dans la direction Y (i.e. par rapport à l'axe X) et I_{xy} : Terme de couplage X/Y).

La zone est alors ajustée à un rectangle ayant :

- le même centre de gravité que la zone
- les mêmes moments d'inertie d'ordre 2

La zone et le rectangle ajusté n'ont pas nécessairement la même aire. En effet, il est impossible de respecter simultanément toutes les données de géométrie. Cependant, l'aire sera très voisine si la zone est à peu près rectangulaire.

Le résultats en sortie sont :

- les coordonnées X et Y du centre du rectangle (par rapport au référentiel OPTIMAS de l'image)

- la longueur du grand côté
- la longueur du petit côté

Ces données sont automatiquement exportées vers Excel où une macro programmée sous Visual Basic exécute les calculs intermédiaires pour renvoyer une feuille de résultats avec les longueurs en μm des échantillons.

L'ensemble des mesures est réalisé automatiquement par Optimas en fonction des paramètres réglés dans la fenêtre de réglage (figure24).

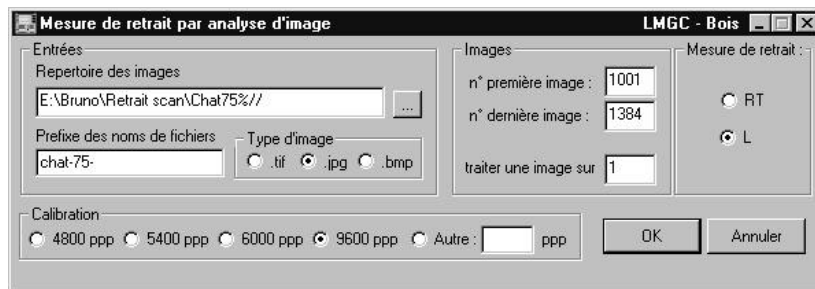


figure24 : boîte de dialogue pour le réglage des paramètres de mesure.

4. Validation

i. Influence de la température

La source lumineuse placée sur la rampe de déplacement est susceptible de créer un échauffement lors d'une utilisation prolongée. Cet échauffement pourrait avoir une influence sur la mesure si elle génère une dilatation de la cale ou modifie l'humidité du bois. L'utilisation d'un thermocouple placé entre l'échantillon et la vitre a permis de détecter une hausse de $3,2^{\circ}\text{C}$ après 100 passages successifs de la rampe sous l'échantillon. Les échantillons ne restant que quelques secondes sur la vitre, on peut supposer que cela n'influe pas sur leur état d'humidité. En revanche, la cale de référence qui était alors en aluminium subit une dilatation thermique de $1,2 \mu\text{m} / ^{\circ}\text{C}$ (dilatation thermique de l'aluminium : $24 \times 10^{-6} / ^{\circ}\text{C}$). La cale de référence a été remplacée par une référence peinte sur du verre (dilatation thermique du verre : $1 \times 10^{-6} / ^{\circ}\text{C}$).

ii. Essais de répétabilité

La mesure est répétée 20 fois consécutives avec repositionnement manuel de l'échantillon entre chaque mesure sur 3 placages à l'état sec à l'air. La moyenne des écarts-types des mesures sur un même placage ainsi que l'écart-type maximum sont reportés dans le tableau ci-dessous.

L (μm)	T (μm)
$\Delta L_{\text{moy}}=5$	$\Delta T_{\text{moy}}=6$
$\Delta L_{\text{max}}=9$	$\Delta T_{\text{max}}=9$

tableau 7: erreur de mesure des dimensions des placages par la méthode d'après images numérisées

iii. Comparaison avec la méthode par palpeur

Au regard des essais de répétabilité des deux méthodes (tableau 6 et tableau 7), la méthode par scanner semble intéressante. Afin de conforter ces essais, l'ensemble des éprouvettes de châtaignier est mesuré avec les deux méthodes pour chaque humidité d'équilibre. Les retraits

sont ensuite comparés. En effet, ces deux mesures permettent un calcul différentiel mais pas une mesure absolue en raison de l'absence de cale étalonnée. D'autant plus que la cale de référence n'est pas la même dans les deux méthodes.

La moyenne des écarts des mesures de retrait suivant les deux méthodes est égale à 0,19 % suivant L et 3,24 % suivant T. A la vue de ces résultats et de la comparaison des mesures présentée sur la figure25, nous pouvons dire que la mesure suivant L est assez satisfaisante puisque la moyenne des écarts se situe dans la gamme d'incertitude du comparateur mitutoyo.

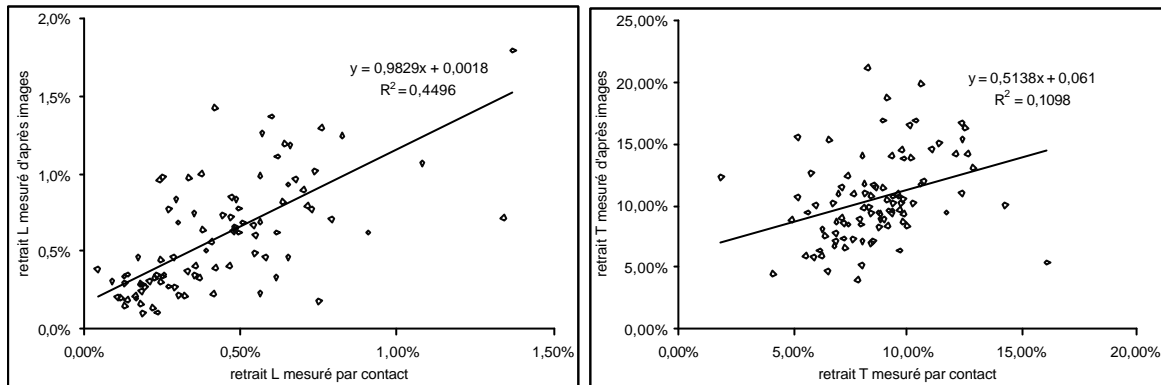


figure25 : Comparaison de la mesure par contact avec la mesure sur images suivant L et T.

En revanche, la mesure dans la direction tangentielle n'est pas du tout satisfaisante et ceci se confirme à la vue de la dispersion des mesures de retrait d'une extrémité à l'autre de l'échantillon. Malgré une possible variabilité de structure et de propriétés d'une extrémité à l'autre de l'éprouvette, de tels écarts de mesure ne peuvent être dus qu'à une erreur dans la mesure.

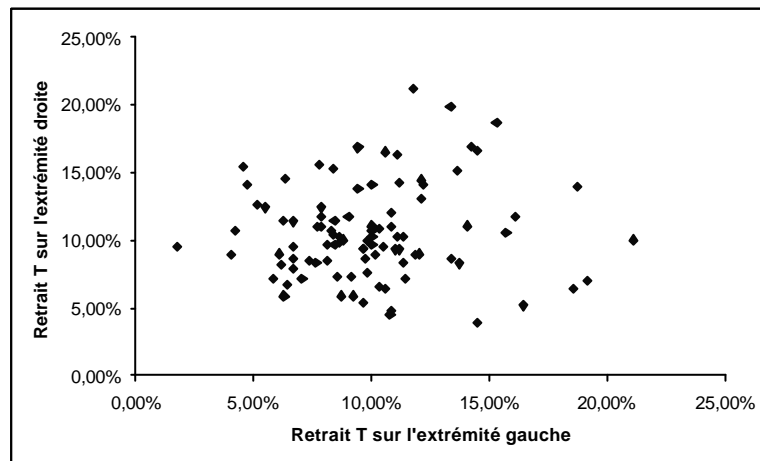


figure26 : comparaison du retrait tangential d'une extrémité et de l'extrémité opposée.

Bien que la méthode de mesure sur image ait été optimisée pour la détermination du retrait L, l'erreur importante suivant T est surprenante. Diverses causes peuvent lui être attribuées :

- L'état de surface des sections RT est plus propre que celui des sections RL.
- La légère pente donnée à la section RT évite l'effet d' "ombre" de bord pour la mesure suivant L, alors qu'un tel usinage n'a pas été réalisé pour les faces RL.
- Le repositionnement manuel de l'échantillon induit une erreur sur la taille de la zone intégrée pour la mesure

- La résolution annoncée est deux fois moins importante suivant la direction T (1200 ppp contre 2400 ppp suivant L)
- Le repositionnement moteur (progression de la rampe) est peu fiable alors que l'écart entre les photos récepteurs (capteur CCD) reste identique pour tous les essais (notamment dans les fenêtres d'observation préenregistrées).

Au vu de ces remarques, il semble que cette méthode ne permette pas la mesure simultanée suivant deux directions. Toutefois, même pour les mesures dans la direction L, certaines améliorations pourraient être envisagées pour augmenter la précision

5. Améliorations envisageables

i. Résolution

Plutôt que d'interpoler l'image lors de son acquisition, l'image pourrait être acquise en résolution maximale réelle (1200 ppp ou 2400 ppp) et l'interpolation serait réalisée lors du traitement de l'image. Ceci permettrait d'alléger considérablement la taille des images qui pourrait alors être stockées sous des formats n'affectant pas du tout le contenu (.bmp ou .tif). Ceci permettrait aussi de numériser toute l'éprouvette sur une seule image et ainsi de limiter le cumul des erreurs.

ii. Eclairage

Une des principales causes d'erreur est liée au seuillage qui dépend de la clarté de l'échantillon, fonction de son humidité. Pour s'affranchir de ce problème, l'échantillon pourrait être éclairé par le dessus. Ainsi, ce serait l'ombre de l'échantillon qui serait mesurée. L'image serait donc quasiment binaire : fond clair et objet noir.

II.4.2. Résultats

Afin d'homogénéiser la présentation, tous les résultats présentés correspondent à des mesures réalisées avec la méthode par contact.

Les résultats des mesures de retrait sont récapitulés dans le tableau 8.

	Valeur minimum	Valeur moyenne	Valeur médiane	Valeur maximum	Ecart type
Retrait L	0,04%	0,44%	0,41%	1,37%	0,26%
Retrait T	4,14%	8,76%	8,56%	16,13%	2,19%

tableau 8 : données statistiques sur les mesures de retrait L et T réalisées sur 96 éprouvettes de châtaignier.

II.5. Point de Saturation des Fibres (PSF)

Le point de saturation des fibres (PSF) est la valeur d'humidité en dessous de laquelle commence à s'exprimer le retrait. Pour cette humidité, les lumens se sont vidés de l'eau "libre" qu'ils contenaient et les parois cellulaires sont encore saturées d'eau dite "liée".

Selon la définition technologique, le PSF est donné par l'ordonnée à l'origine de la droite de régression linéaire entre humidité du bois et retrait. Cette valeur correspond à l'humidité extrapolée pour laquelle le retrait est nul (figure 27). Afin de minimiser les erreurs, seuls les PSF dont les droites de régression linéaire ont été obtenues avec un R^2 supérieur à 0,98 sont conservés. Cette restriction limite les erreurs, mais il peut arriver que des erreurs se compensent et que les points soient très bien alignés malgré une erreur potentielle. Certaines valeurs "aberrantes" de PSF ont donc aussi été éliminées (supérieurs à 90 % par exemple).

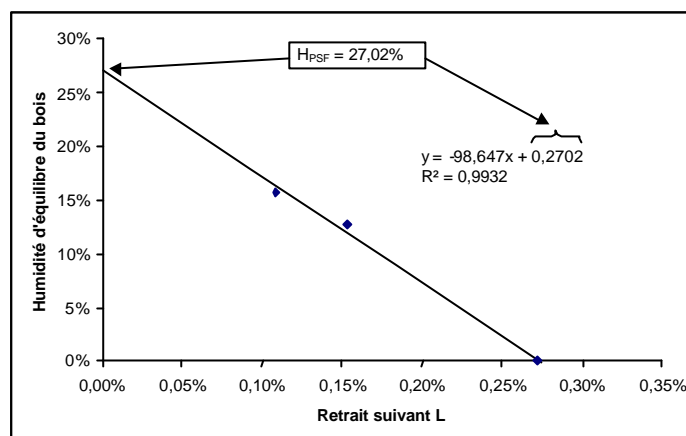


figure 27 : Détermination du Point de Saturation des Fibres (exemple dans la direction L)

La notion de PSF est sujette à discussion et on peut se poser quelques questions...

- l'appellation "point de saturation des fibres" est elle valable ou devrions nous parler de l'humidité de départ du retrait ?
- quelle est la validité de l'extrapolation de cette humidité d'après 3 points seulement ?
- est il raisonnable de s'attendre à une relation linéaire ?

Malgrès ces questions, cette valeur d'extrapolation, même si elle ne représente pas, au sens physique, le "point de saturation de la fibre", met en évidence des différences de comportement qu'il semble intéressant d'observer et de commenter.

II.5.1. Matériel et méthode

Les mesures de PSF ont été réalisées en même temps que les mesures de retrait sur l'ensemble des échantillons. Pour cela entre la mesure à l'état saturé et la mesure à l'état sec, deux autres points de mesure ont été réalisés pour deux humidités intermédiaires. Les éprouvettes étaient maintenues dans un vase sous vide partiel en présence de solutions salines jusqu'à stabilisation de la masse de 8 d'entre elles. Une solution de NaCl permettant de prévoir une humidité de l'air de l'ordre de 75 % à 25°C soit une humidité du bois de l'ordre de 13,5 % et une solution de Mg(NO₃)₂ pour une humidité de l'air de l'ordre de 50 % soit une humidité du bois d'environ 9 % (Thémelin et Vergnet, A paraître).

L'humidité de stabilisation (H_i) de chaque échantillon est ensuite recalculée pour chaque état (i) d'après sa masse à l'humidité donnée (M_{Hi}) et sa masse anhydre (M₀).

$$H_i = (M_{Hi} - M_0) / M_0 \quad (14)$$

Enfin il est possible de définir pour chaque direction le coefficient de rétractabilité α donné par

$$\alpha (\% / \%) = \text{retrait total} (\%) / \text{PSF} (\%) = \epsilon_{\text{Rtot}} / H_{\text{PSF}} \quad (15)$$

II.5.2. Résultats

Les résultats des mesures de PSF sont récapitulés dans le tableau 9. En première ligne figure le nombre de valeurs prises en compte après retrait des valeurs "aberrantes".

Le PSF est calculé d'après les mesures réalisées dans les deux directions : T et L.

	suisant T	suisant L
nombre de valeur	51	72
minimum	20,00%	10,46%
maximum	51,49%	57,62%
moyenne	35,37%	28,76%
écart type	7,25%	8,07%

tableau 9 : données statistiques sur les valeurs mesurées de PSF

III. PARAMETRES DE MICROSTRUCTURE

Cette partie du travail a été réalisée en collaboration avec Julien Ruelle qui était alors en stage de Licence de Biologie Cellulaire et Physiologie (Option Physiologie Végétale Appliquée) de l'Université Montpellier II.

Sur chacune des éprouvettes de châtaignier testée physiquement et mécaniquement, une coupe anatomique est réalisée à chaque extrémité. Ces coupes permettent de connaître les types de tissus présents dans l'éprouvette et leur abondance relative. Nous nous intéressons particulièrement à la proportion de fibres comportant une couche gélatineuse.

III.1. Matériel et méthodes

III.1.1. Matériel végétal

Après l'essai de traction à l'état saturé, les extrémités de l'éprouvette sont prélevées. Sur ces morceaux de 10 mm de longueur, l'extrémité "écrasée" par les mors de la machine d'essai est serrée dans l'étau pour réaliser la coupe au microtome. Ainsi, la partie observée n'a pas été endommagée.

III.1.2. Contraintes liées à l'analyse d'image

Les coupes sont destinées à être numérisées pour un traitement automatisé par analyse d'image. Ce traitement automatique impose certaines contraintes :

- absence de fissuration dans l'échantillon
- qualité de coupe impeccable sans déchirement (notamment autour des vaisseaux)
- reproductibilité dans l'épaisseur de coupe et la coloration
- contraste entre paroi et lumen
- contraste entre fibre normale et fibre à couche gélatineuse

Aucun contraste particulier n'est requis pour distinguer le parenchyme puisque sa présence n'a pas été prise en compte dans l'étude.

III.1.3. Coupes anatomiques

L'utilisation des couteaux rigides traditionnellement utilisés en microtomie autorise des coupes de 10 à 20 μm . La qualité de ces coupes est irréprochable quand le couteau est parfaitement affûté. Cependant, la lame s'émoissant rapidement, un affûtage régulier est nécessaire. Ne disposant pas de dispositif d'affûtage au laboratoire, d'autres méthodes ont été recherchées. Afin d'obtenir des coupes aussi fines que possibles, nous nous sommes orientés vers les techniques d'inclusion. En plus de la finesse des coupes, ce procédé permet une bonne répétabilité dans l'épaisseur des coupes et une coloration plus homogène puisque l'ensemble des lames sont colorées en un seul bain.

Après des essais avec des méthacrylates de méthyle, nous avons finalement abouti avec l'aide du Cirad Biotrop (histologie) à l'utilisation de résine HPMA (Hydroxypropyl méthacrylate) (protocole en annexe). Cette résine déjà utilisée par ce laboratoire pour l'inclusion de pépins de raisin (communication personnelle J. Escout) a permis une très bonne et rapide imprégnation du tissu ligneux. Des coupes de 1,5 à 9 μm sont alors réalisables sans grande difficulté à l'aide d'un microtome rotatif à lames jetables. Cependant, le procédé de dépôt de la coupe sur la lame nécessite une réhumidification de la coupe qui sèche après adhésion sur la lame. A cet instant, le fort retrait du bois dans les directions radiale et tangentielle génère de larges fissures (photo 2). Ces fissures ont été minimisées par un séchage des lames à l'air ambiant, mais leur présence est réhhibitoire pour une utilisation en vue d'un traitement par analyse d'image.

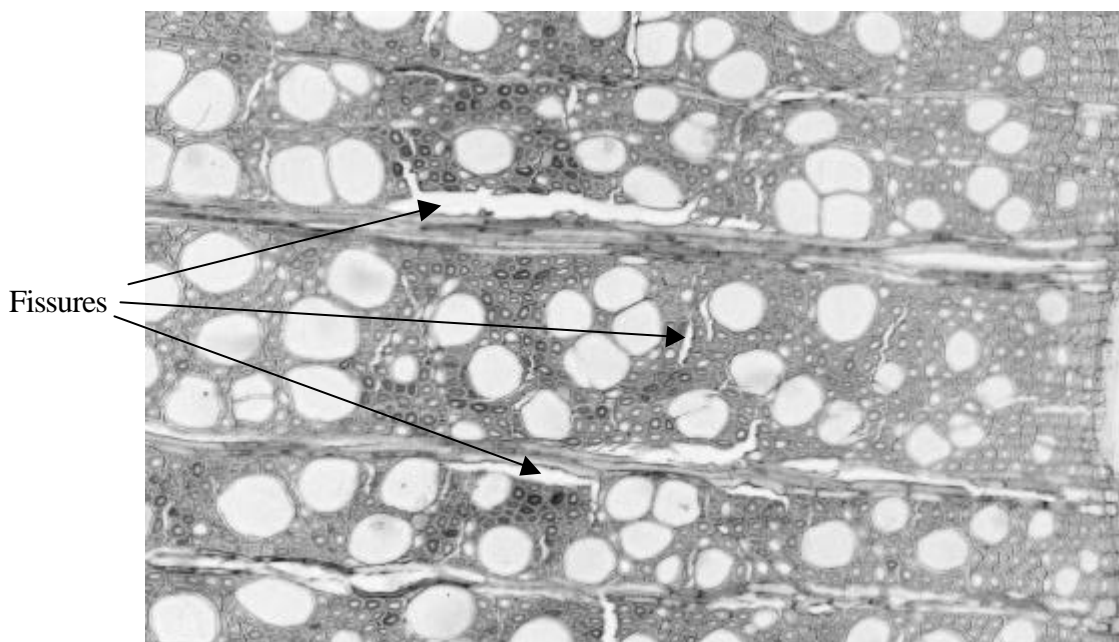


photo 2 : fissurations au séchage d'une coupe de hêtre inclus dans une résine HPMA.

Les difficultés rencontrées lors de ces essais nous ont amenés à nous tourner à nouveau vers le microtome à glissière traditionnel (marque Reichert). Le couteau rigide étant maintenant remplacé par un porte lames jetables. Des lames "tissus durs" de la marque Feather ont donné un résultat très satisfaisant. Les lames sont changées régulièrement pour assurer un tranchant parfait à toutes les coupes.

L'épaisseur des coupes a été optimisée à 15 μm , épaisseur la plus fine permettant une réussite quasi systématique de la coupe. Le recueil des coupes se fait sur les lames avec le doigt. Les coupes sont ensuite déposées dans un panier formé d'une armature en aluminium, dont le fond est une toile en nylon composée de mailles très fines sur laquelle vont reposer les coupes durant toute la coloration. L'utilisation du panier permet un maniement minimum des coupes et minimise ainsi leur dégradation.

III.1.4. Coloration

Le premier objectif de la coloration est de donner du contraste à la matière ligneuse qui apparaît translucide sur des coupes minces observées par microscopie photonique en lumière transmise. Pour cela la safranine est couramment utilisée, toute la matière ligneuse y est colorée en rouge, sans distinction des tissus. Dans le cadre de cette étude, nous souhaitons différencier les cellules de bois normal de celles de bois de tension comportant une couche gélatineuse. Pour cela, nous devons utiliser un colorant spécifique de la lignine ou de la

cellulose. La coloration la plus fiable est probablement la réaction de Wiesner (Dop et Gautier 1928). Cette réaction colore spécifiquement la lignine. Ainsi, la fibre G apparaît incolore. Cependant, il y a deux inconvénients majeurs à cette méthode : la coloration est fugace (ce qui nécessite une prise de vue rapide dans les minutes qui suivent la coloration) et l'absence de coloration de la fibre G risque de la confondre avec les lumens lors du traitement par analyse d'image. Les doubles colorations traditionnellement utilisées telles que Safranine/Bleu Astra ou Safranine/Fast Green permettent de bien différencier à l'œil la fibre G qui apparaît respectivement en Bleu et en Vert alors que le reste des tissus est coloré en rouge. Divers tests nous ont montré qu'il est difficile de séparer les couleurs par analyse d'image. De plus l'utilisation d'images couleur nécessite une numérisation sur 24 bits, soit des images beaucoup plus "lourdes" qu'en niveaux de gris. Les recherches se sont donc orientées vers des colorants monochromatiques imprégnant plus ou moins la paroi en fonction de sa composition. C'est le cas de la coloration à l'Azur II et de celle au Bleu de Méthylène Aluné. Ces deux colorants donnent des résultats comparables : la lamelle mitoyenne est colorée en bleu turquoise, la paroi secondaire en bleu clair et la fibre gélatineuse en bleu-violet foncé (photo 3). Le protocole expérimental (Annexe 1) étant plus simple pour l'Azur II, c'est ce colorant qui a été utilisé pour la suite de cette étude.

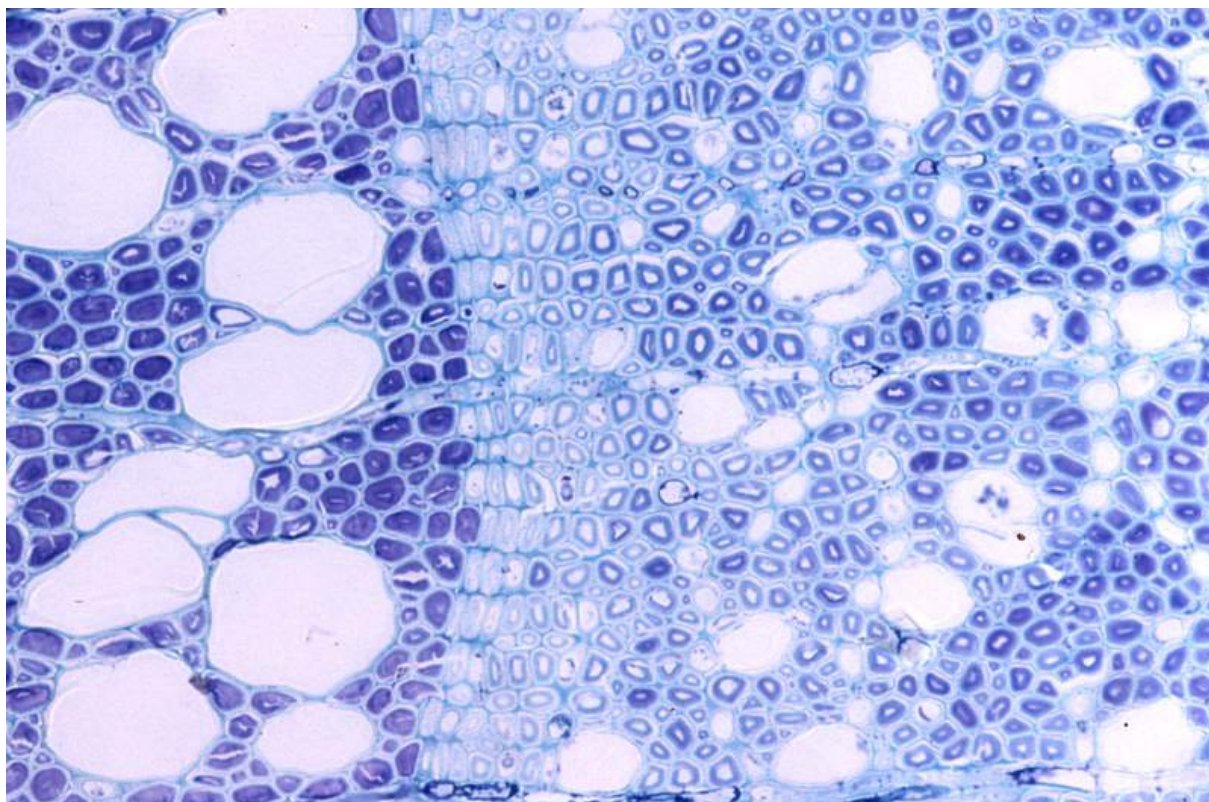


photo 3 : coloration à l'Azur II d'une coupe transversale de hêtre

Les "niveaux de bleu" seront numérisés en niveau de gris sans perte d'information.

III.1.5. Acquisition des images

Les lames sont observées avec un microscope de la marque Leica mis à disposition par l'équipe histologie du Cirad Biotrop. Pour avoir l'ensemble de la coupe (environ 5000 x 1000 μm^2) dans la fenêtre d'observation, nous sommes limités à un grossissement de 25X. Ce grossissement ne donnant pas le détail nécessaire pour nos observations, l'image est acquise en deux parties qui seront ensuite aboutées. Ainsi, nous avons utilisé un grossissement de 50X. Dans ces conditions, la fenêtre d'observation de 2170 x 2763 μm^2 permet de

photographier chaque coupe en deux clichés. Lahabi pour un travail similaire, montre que pour l'étude du hêtre et du chêne, un grossissement de 50X peut être suffisant bien qu'elle préconise un grossissement 100X (Lahabi 1995). Etant donné la surface des coupes, l'utilisation d'un grossissement 100X aurait nécessité l'acquisition de 4 photos par coupe ce qui alourdisait considérablement le travail d'aboutage et la taille des images à traiter par analyse d'image.

L'acquisition se fait au moyen d'un appareil photo numérique de la marque Metrix. La résolution de l'appareil est donnée par le nombre de pixels disponibles pour couvrir la fenêtre d'observation (1316 x 1034 pixels²). L'image est numérisée en 256 niveaux de gris.

Les images ainsi numérisées sont ensuite assemblées deux à deux par superposition de la zone centrale de chevauchement.

En dernière étape, certaines images sont reprises sur un logiciel de retouche d'image (Paint Shop Pro 6) afin d'éliminer des déchets de coupe ou des poussières (ou traces de tyllés) se trouvant dans les vaisseaux (photo 4).

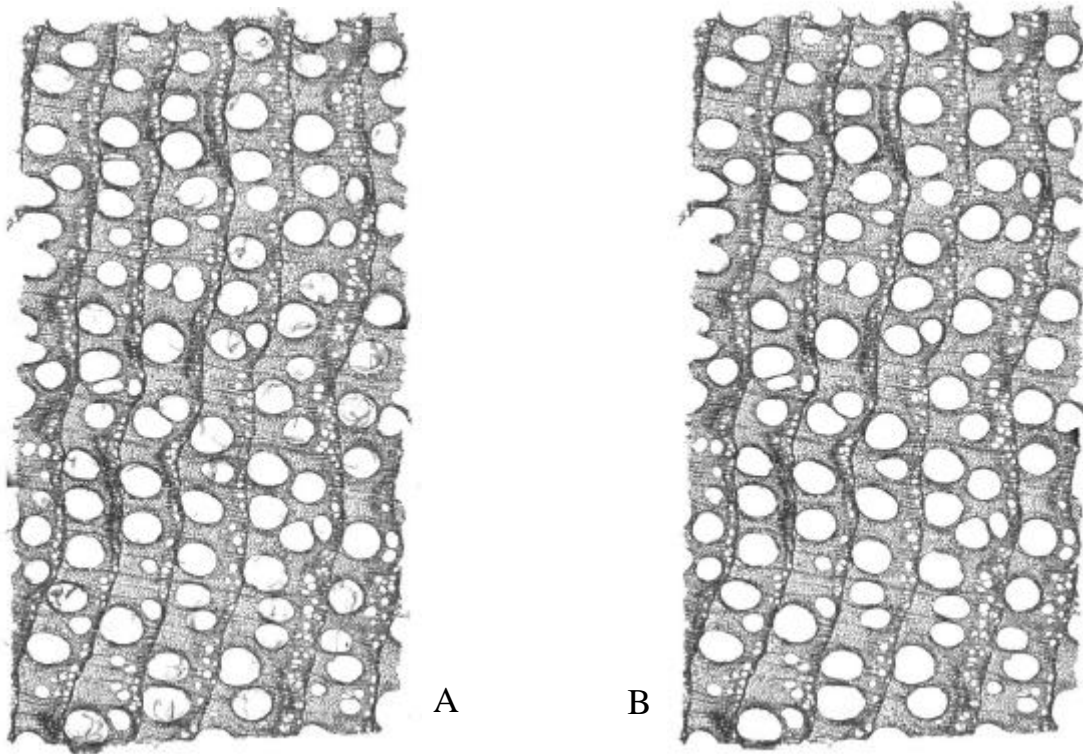


photo 4 : nettoyage des vaisseaux sur une coupe de châtaignier (A, avant ; B, après)

III.2. Traitement des images

Le traitement des images est réalisé sur le logiciel d'analyse d'image Optimas.

Il donne pour chaque coupe, sa surface totale, la surface de matière ligneuse, les surfaces des zones de bois avec et sans fibres à couche gélatineuse et les surfaces de matière ligneuse des zones de bois avec et sans fibres à couche gélatineuse.

Il en est déduit le pourcentage de matière ligneuse, les pourcentages de matière ligneuse des zones de bois avec et sans fibres à couche gélatineuse sur la surface totale et sur la surface de matière ligneuse.

Les détails du traitement des images sont donnés dans l'annexe 2.

III.3. Mesures et résultats

Pour chaque éprouvette, les résultats présentés correspondent à la moyenne des résultats extraits des deux extrémités.

III.3.1. Correction préliminaire

Si on calcule la densité des éprouvettes d'après le pourcentage de matière ligneuse (%ML) dans l'éprouvette ($\rho = \%ML \times \text{densité théorique de la matière ligneuse (1,54)}$), on remarque une surévaluation de la quantité de matière (moyenne des densités ainsi calculées de l'ordre de 1 g/cm^3) (figure28). Cette surestimation peut provenir de l'erreur sur la détection de contour en raison d'un seuillage trop grossier, sur des images de trop faible résolution ou d'un défaut de netteté lors de la prise de vue. La limite entre matière ligneuse et lumen a ainsi été systématiquement erronée en faveur de la paroi. D'autres seuillages plus restrictifs pour la paroi ont été essayés en vue d'ajuster les valeurs de densité ainsi calculée aux valeurs de densité macroscopique, les seuils obtenus excluent généralement certaines plages de cellules faiblement colorées (dans la zone de bois initial). L'erreur en devient alors plus grande puisque la surface donnée ne tient plus compte de la structure même. Malgré la surestimation des valeurs, celle ci étant générale, il serait possible de comparer entre eux les résultats. Néanmoins, nous observons que certaines mesures sortent du nuage de points (entouré sur la figure28). L'anatomie de ces éprouvettes montre qu'il s'agit d'éprouvettes à forte proportion de vaisseaux. Sur ces éprouvettes, la densité calculée d'après l'anatomie est beaucoup plus proche de la densité macroscopique. Cette observation confirme que la surestimation est liée au seuillage.

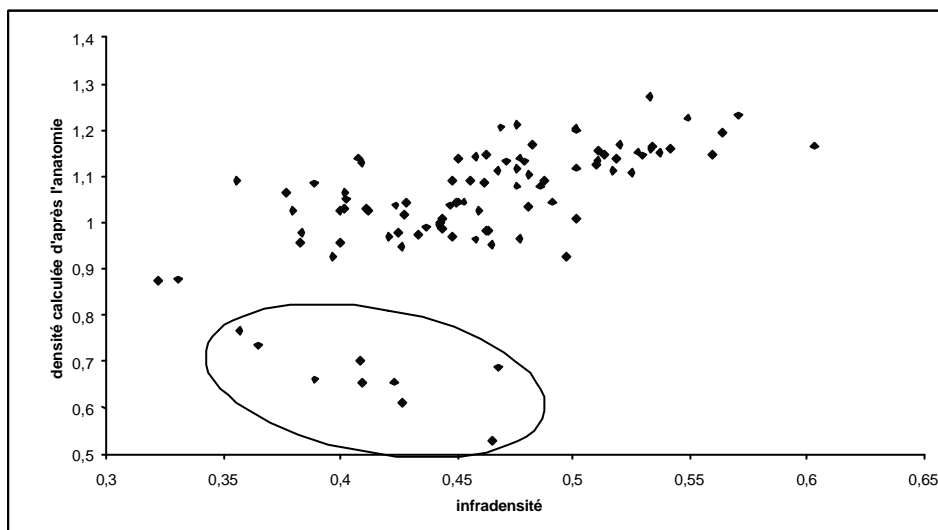


figure28 : relation entre la densité calculée d'après l'anatomie par analyse d'image et l'infradensité mesurée pour chaque éprouvette de châtaignier

Nous aurions pu, en retirant les éprouvettes atypiques composées majoritairement de vaisseaux, donner un facteur correctif pour ajuster les valeurs calculées d'après l'anatomie aux valeurs mesurées à l'échelle macroscopique. Nous avons préféré reprendre l'ensemble des données des contours des lumens pour corriger pour chaque lumen de chaque coupe l'erreur engendrée par le décalage du seuil. Il s'agit donc de trouver l'erreur en pixel sur le seuillage.

Dans un premier temps, il semble plus pertinent d'ajuster les valeurs de densité issue de l'anatomie avec les valeurs de densité à l'humidité de la coupe anatomique plutôt qu'à la valeur d'infradensité.

La première question est de savoir à quel état d'équilibre se trouve la coupe anatomique montée entre lame et lamelle (telle que nous l'observons). La coupe étant déshydratée à l'éthanol, on ne peut pas considérer que son état soit saturé. Peut-on considérer qu'elle soit à l'état sec pour autant ? Nous nous intéressons ici à la surface de matière observable étant donné son retrait. Les travaux de Ishimaru (Ishimaru et Sakai 1988) montrent que pour un échantillon anhydre plongé dans l'éthanol seul 80 % du gonflement s'exprime par rapport à un témoin plongé dans l'eau. Nous avons d'après ce résultat extrapolé que 20 % du retrait total s'était exprimé lors du passage à l'éthanol avant montage. Nous supposons ensuite que la coupe se stabilise dans cet état dans le milieu de montage. Ainsi cet état correspond à une humidité de 4/5^{ème} du PSF, soit 0,224 en utilisant une valeur moyenne de PSF de 0,28 (Kollmann et Côté 1968).

Connaissant seulement l'infradensité (D_I), nous déduisons la densité à l'humidité "h" d'après les relations données par Kollmann (Kollmann et Côté 1968).

$$\text{La densité à l'humidité } h : D_h = D_0 \times (1 + h) / (1 + 0,84 \times h \times D_0) \quad (16)$$

$$\text{Avec } D_0 = D_I / (1 - 0,28 D_I) \text{ (densité anhydre)} \quad (17)$$

Disposant maintenant des densités des éprouvettes macroscopiques, connaissant la surface totale de chaque coupe, nous cherchons la surface totale de lumen satisfaisante pour retrouver cette densité.

D_h = Densité de la matière ligneuse x proportion de matière ligneuse

$$D_h = 1,54 \times (S_{\text{tot}} - S_{\text{lumen}}) / S_{\text{tot}} \quad (18)$$

$$\text{Ainsi, } S_{\text{lumen}} = S_{\text{tot}} (1,54 - D_h) / 1,54 \quad (19)$$

Cette surface totale macroscopique théorique de lumen (S_{lumen}) que nous appellerons désormais S^m doit être égale à la somme des "i" surfaces (S_i^m) des lumens qui constituent la coupe :

$$S^m = \sum_i S_i^m \quad (20)$$

La correction sur le seuillage est réalisée comme suit :

Supposant les lumens circulaires, leurs surfaces mesurées par l'anatomie permettent de déterminer les rayons $r_{i a}$ équivalents. Il s'agit de trouver l'erreur de seuillage δr nécessaire pour donner les rayons corrigés $r_{i \text{ cor}}$ (figure29).

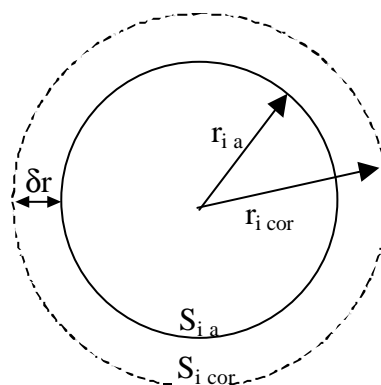


figure29 : principe de la correction sur les surfaces pour un lumen supposé circulaire

$$r_{i \text{ cor}} = r_{i a} + \delta r \quad (21)$$

$$\text{la surface corrigée est égale à } S_{i \text{ cor}} = S_{i a} + \delta S \quad (22)$$

$$S_{i \text{ cor}} = \pi r_{i \text{ cor}}^2 \text{ et } S_{i \text{ a}} = \pi r_{i \text{ a}}^2$$

$$\delta S / S_{i \text{ a}} = 2 \times \delta r / r_{i \text{ a}}$$

$$\text{d'où } \delta S = 2 (S_{i \text{ a}} \times \pi)^{1/2} \delta r \quad (23)$$

Ainsi la surface totale des "i" lumens sur une coupe "j" après correction est donnée par

$$S_j^c = \sum_i (S_{i \text{ a}} + 2 (S_{i \text{ a}} \times \pi)^{1/2} \delta r) \quad (24)$$

Nous cherchons la valeur de δr telle que pour les j coupes anatomiques, la surface totale de lumens après correction (S_j^c) s'approche au plus près de la surface totale macroscopique théorique de lumens (S_j^m). On utilise pour cela la méthode des moindres carrés, l'erreur à minimiser s'écrit sous la forme :

$$E = \sum_j (S_j^m - S_j^c)^2 = \sum_j [S_j^m - \sum_i (S_{i \text{ a}} + y (S_{i \text{ a}})^{1/2})]^2 \quad (25) \text{ avec } y = 2 \pi^{1/2} \delta r$$

$$E = \sum_j [(S_j^m - \sum_i S_{i \text{ a}}) + y \sum_i (S_{i \text{ a}})^{1/2}]^2 \quad (26)$$

Minimiser E revient à chercher la valeur de y telle que la dérivée de E par rapport à y soit nulle.

$$\text{On réécrit E sous la forme : } E = \sum_j [A_j + y B_j]^2 \quad (27)$$

$$\text{avec } A_j = (S_j^m - \sum_i S_{i \text{ a}}) \text{ et } B_j = \sum_i (S_{i \text{ a}})^{1/2}$$

$$dE / dy = 2 \sum_j [B_j (A_j + y B_j)] = 2 [\sum_j (B_j A_j) + y \sum_j B_j^2] \quad (28)$$

$$dE / dy = 0 \text{ si } y = \sum_j (B_j A_j) / \sum_j B_j^2$$

$$\text{soit } \delta r = \sum_j [(S_j^m - \sum_i S_{i \text{ a}}) (\sum_i (S_{i \text{ a}})^{1/2})] / (2 \pi^{1/2}) (\sum_j (\sum_i (S_{i \text{ a}})^{1/2}))^2 \quad (29)$$

Le calcul réalisé pour les j=192 coupes anatomiques comportant jusqu'à i=28000 lumens donne un δr égal à 5,5 μm soit 3,3 pixels d'erreur lors de la détection de contour. Cette valeur de δr peut paraître importante, ceci est notamment dû au fait que les lumens de certaines cellules peuvent ne pas avoir été détectés lorsqu'ils sont trop petits. La compensation de cette erreur est donc ensuite reportée sur les autres cellules de la coupe.

Les densités calculées d'après l'anatomie avant et après correction sont comparées à la densité macroscopique à 22,4 % sur la figure30.

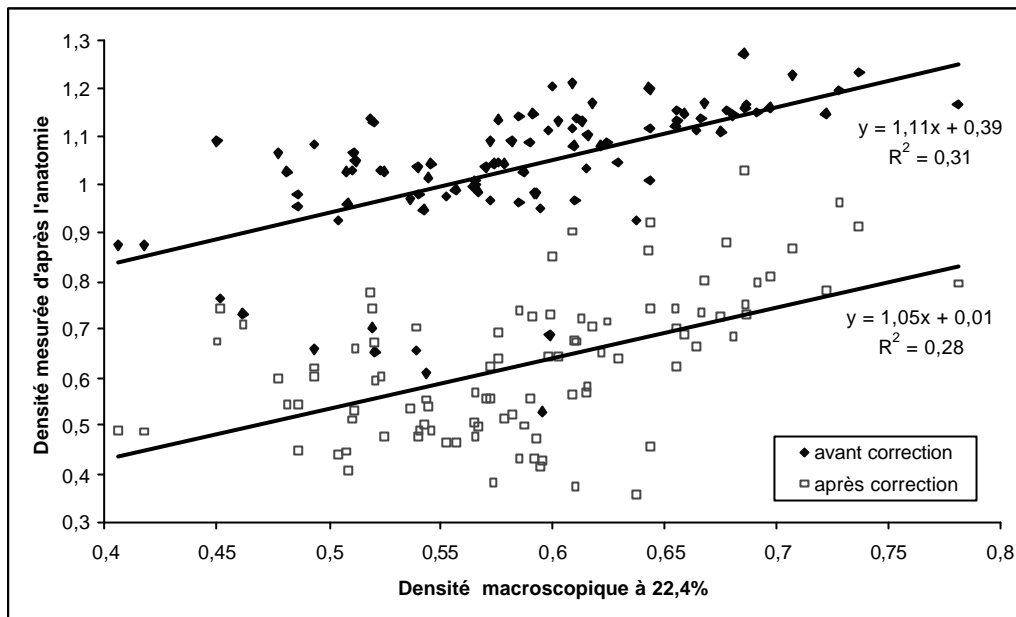


figure30 : densités calculées d'après l'anatomie avant et après correction en fonction des densités macroscopique à 22,4 %

La droite de régression pour les densités mesurées après correction est proche de la droite $y=x$. L'ajustement est donc plus propre qu'avant correction. On peut remarquer aussi que les éprouvettes à forte proportion de vaisseaux sont maintenant intégrées au nouveau nuage de points et que la nouvelle densité moyenne calculée par analyse d'image est plus proche des densités macroscopiques, ceci confirme la "pertinence" de la correction.

La correction a ensuite été réalisée sur toutes les cellules des zones à fibre G pour corriger aussi les mesures de proportion de bois à cellules à paroi gélatineuse.

III.3.2. Résultats

La moitié des éprouvettes testées comprenait du bois de tension à fibre G. Ce résultat est conforme à l'échantillonnage qui reposait sur la mesure des contraintes de croissance.

Pour les éprouvettes comportant de la fibre G, toutes les classes de proportions de fibre à couche G sont représentées jusqu'à 93 % de la matière ligneuse.

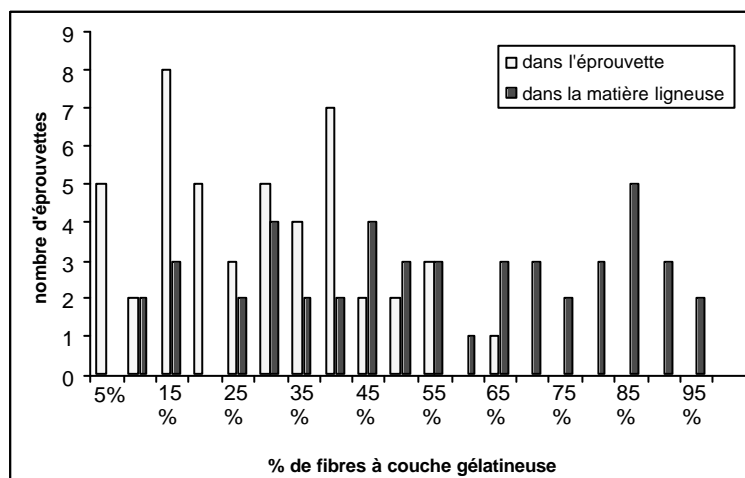


figure31 : histogramme de répartition du pourcentage de fibres à couche G par rapport à la surface totale de l'éprouvette et par rapport à la surface de matière ligneuse (pour les 48 éprouvettes contenant de la fibre G).

IV. ANALYSE ET DISCUSSION

IV.1. Relation entre propriétés macroscopiques

Dans un premier temps, nous nous intéressons aux relations entre propriétés macroscopiques.

Les coefficients de corrélation entre les différentes propriétés sont calculés (tableau 10).

Châtaigne	drlm	infradensité	PSF T	PSF L	retrait T	retrait L	E sat	Esat/Di	Esec	Esec/Di
drlm	1	NS	NS	***	***	***	***	***	***	***
infradensité	0,1132	1	NS	NS	NS	*	NS	NS	NS	NS
PSF T	0,1525	0,0168	1	*	**	NS	NS	NS	NS	NS
PSF L	0,4601	0,1701	0,3406	1	NS	***	*	NS	**	**
retrait T	0,6062	0,1172	0,3582	0,1834	1	***	***	***	***	**
retrait L	0,7271	0,2091	0,1575	0,7245	0,4342	1	*	NS	**	**
E sat	0,4971	-0,0473	0,1134	0,2413	0,4954	0,2228	1	***	***	***
Esat/Di	0,4126	-0,1487	-0,0025	0,0322	0,4103	0,0145	0,9486	1	***	***
Esec	0,4232	0,1147	-0,0653	0,3408	0,3655	0,2849	0,6516	0,5867	1	***
Esec/ro Di	0,3812	0,0845	-0,1383	0,3419	0,2972	0,3183	0,6231	0,5581	0,9639	1

tableau 10 : matrice des coefficients de corrélation. Les valeurs de r sont données dans la moitié inférieure gauche et le seuil de signification⁵ dans la partie supérieure droite (NS non significatif, * pour un seuil inférieur à 5 %, ** inférieur à 1 % et *** inférieur à 0,1 %).

Ces matrices permettent de mettre en évidence des relations linéaires entre propriétés, mais risquent de cacher des relations non linéaires.

Dans la suite, nous représentons les relations les plus significatives en discutant de leur interprétation.

IV.1.1. Relation entre DRLM et retraits

Sur le châtaignier, les retraits longitudinaux et tangentiels sont très significativement corrélés avec la DRLM.

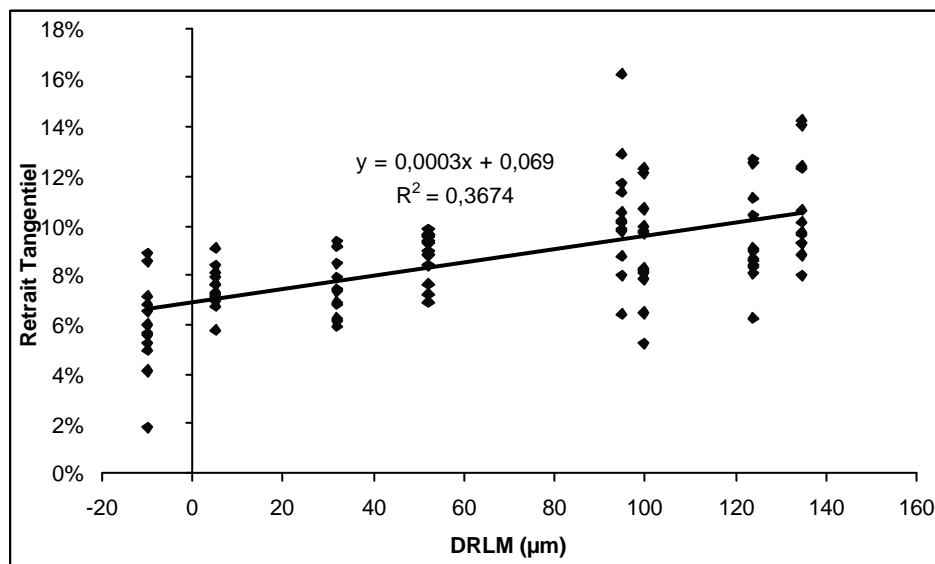


figure32 : Retrait tangentiel en fonction de la DRLM pour le châtaignier

⁵ Les seuils de signification sont donnés pour chaque valeur de r en fonction du nombre de points ayant permis la corrélation d'après les tables reproduites par Nepveu (Nepveu 1983).

La représentation du retrait tangentiel en fonction de la DRLM (figure32) montre une forte corrélation positive sans rupture de pente entre bois normal et bois de tension telle que l'observait Sassus (Sassus 1998) sur le hêtre et le peuplier.

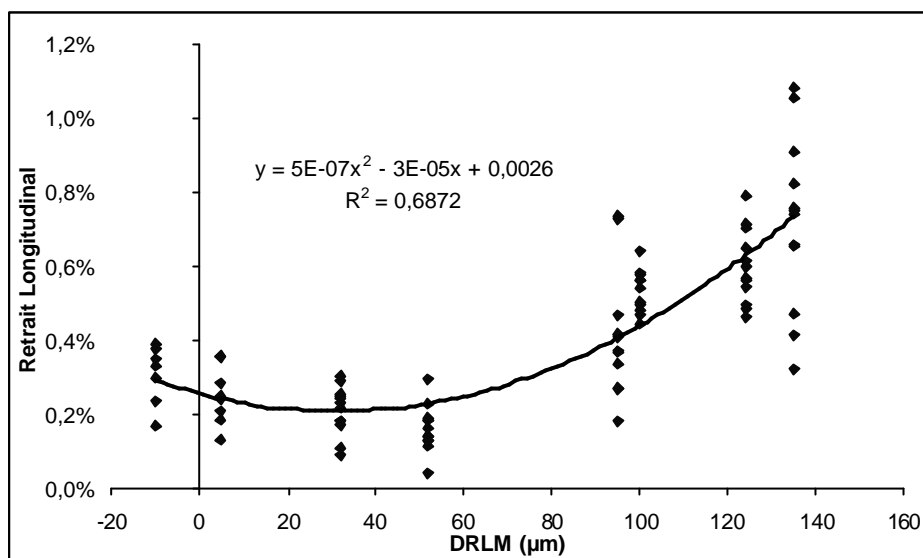


figure33 : Retrait longitudinal en fonction de la DRLM pour le châtaignier

Sur la représentation du retrait longitudinal en fonction de la DRLM (figure33), une courbe polynomiale d'ordre 2 s'ajuste beaucoup mieux ($r^2=0,69$) qu'une droite ($r^2=0,53$).

Cette courbe peut être séparée en deux zones : une zone de bois normal ou comprimé (DRLM de -10 à 52 μm) et une zone de bois tendu (DRLM de 95 à 135) (figure34). Pour les faibles valeurs de DRLM, on observe une décroissance régulière puis pour les valeurs fortes, une forte croissance. Il est important de noter que la zone de transition entre les deux pentes sépare les éprouvettes ne contenant pas de fibres à paroi gélatineuse de celles en comprenant.

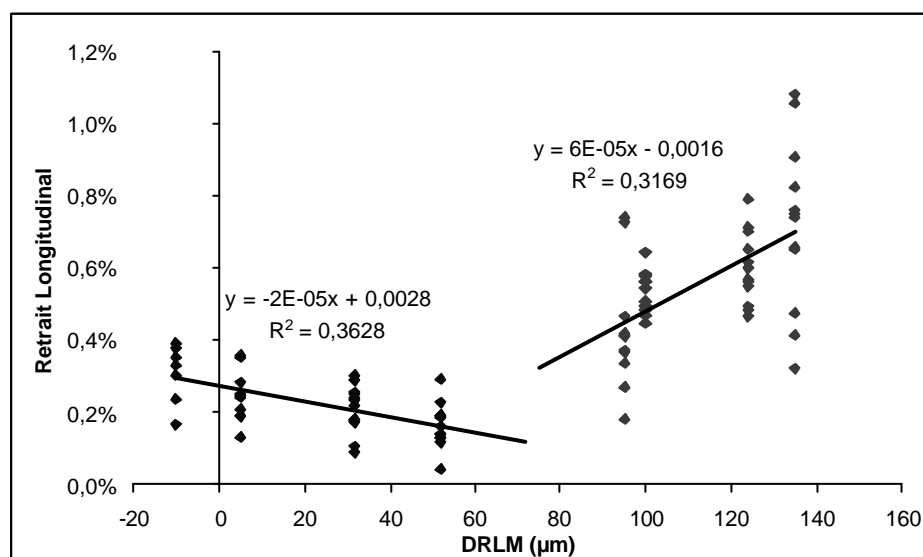


figure34 : mise en évidence de la rupture de pente du retrait longitudinal en fonction de la DRLM.

Des observations similaires de rupture de pente avaient été faites sur du peuplier et du hêtre par Sassus (Sassus 1998). La décroissance du retrait avec l'augmentation de DRLM pour les éprouvettes sans fibres à couche G est comparable à ce qui est observé sur les résineux. On peut attribuer à cette décroissance un redressement de l'angle des microfibrilles depuis les

valeurs faibles (négative dans ce cas) de DRLM vers les valeurs plus fortes. C'est ce qui est observé sur du bois de résineux entre bois de compression et bois normal (Meylan 1972 ; Boyd 1977 ; Yamamoto *et al.* 1995). Cette observation est appuyée par la forte corrélation négative entre les retraits T et L (figure35) qui confirmerait que c'est un même phénomène qui régit inversement les deux retraits. Ceci pourrait confirmer la présence de "bois de compression" dans la zone de l'arbre à valeur de DRLM négative. La présence de bois de compression chez un feuillu a déjà été observée sur du buis (Baillères *et al.* 1997). Tel que cela a été fait sur le buis, il serait important de compléter cette étude par des analyses chimiques avant d'affirmer la présence de bois de compression.

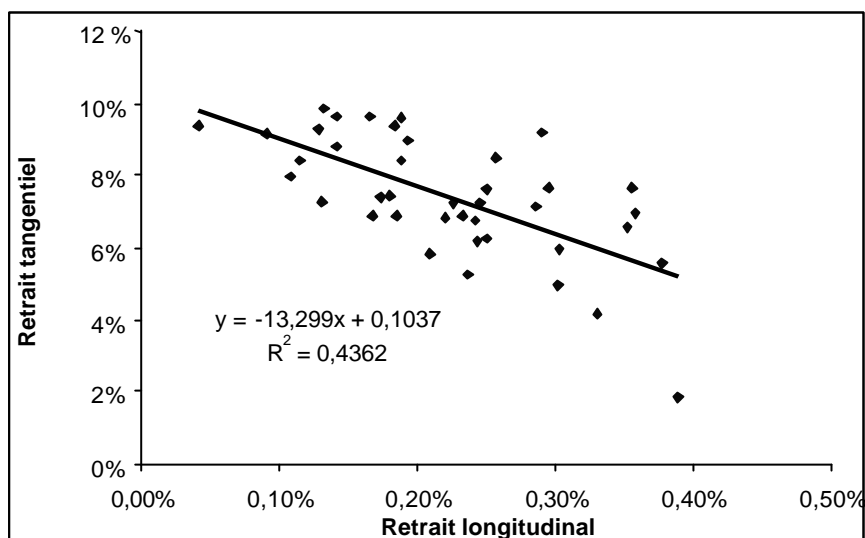


figure35 : relation retrait tangentiel – retrait longitudinal sur les éprouvettes de châtaignier ne comportant pas de fibres à couche gélatineuse.

La forte augmentation du retrait longitudinal avec la DRLM pour les éprouvettes comportant des fibres à couche gélatineuse ne peut pas être attribuée à l'angle des microfibrilles puisque dans la couche gélatineuse, l'angle des microfibrilles est nul ou très faible (Fujita *et al.* 1974 ; Chaffey 2000). Pourtant cette observation a aussi été faite sur le hêtre et le peuplier (Clarke 1937 ; Chow 1946 ; Sassus 1998 ; Coutand *et al.* 20012001). Boyd (Boyd 1977) et Norberg (Norberg et Meier 1966) annoncent que dans ce cas le retrait est dû à la couche S_1 qui y est généralement plus épaisse et dans laquelle l'angle des microfibrilles est très incliné. Nous verrons dans le chapitre IV des éléments d'explication du fort retrait longitudinal dans les éprouvettes contenant des fibres à couche G.

IV.1.2. Relation entre DRLM et PSF

Les valeurs de PSF mesurés suivant L et T donnent des résultats suffisamment différents pour qu'on soit obligé de les étudier séparément. Cette différence peut être due, à l'échelle nanoscopique, à l'organisation des sites d'absorption de l'eau qui ne se satureraient pas pour une même humidité d'équilibre du bois suivant leur positionnement longitudinal ou tangentiel dans la paroi. En moyenne, le point de saturation des fibres mesuré suivant L (moyenne des PSF = 28 %) est plus faible que celui mesuré suivant T (moyenne des PSF = 35 %). La différence de valeur de PSF dans les directions L et T signifie que lors du séchage, l'eau liée issue des sites provoquant du retrait transverse commencerait à s'extraire pour une humidité relative de l'air plus élevée que l'eau liée issue de sites provoquant du retrait longitudinal. Ce phénomène semble d'autant plus vrai dans le bois ne comportant pas de fibres à couche gélatineuse puisque l'écart entre les moyennes des PSF suivant T et L est plus important dans le bois à faible DRLM que dans le bois à forte DRLM (tableau 11 et figure36).

	Eprouvettes à faible DRLM	Eprouvettes à forte DRLM
Moyenne des PSF suivant T	33,8%	36,7%
Moyenne des PSF suivant L	24,2%	32,8%
Ecart des moyennes des PSF T et L	9,6%	3,8%

tableau 11 : moyennes et leurs écarts des PSF suivant L et T pour les éprouvettes avec et sans fibres à couche gélatineuse.

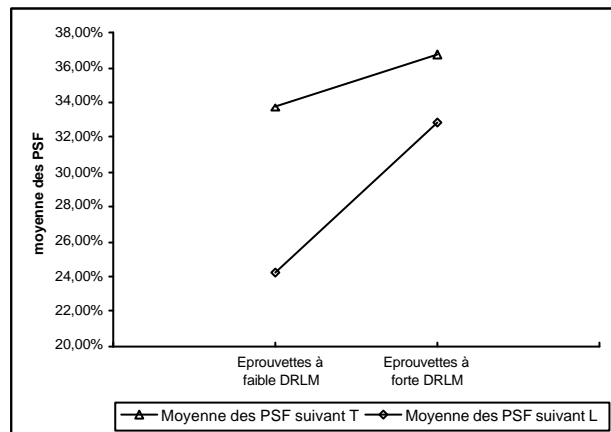


figure36 : Représentation graphique de la moyenne des PSF suivant T et L pour les faibles et fortes classes de DRLM.

Les éprouvettes à fortes valeurs de DRLM ont en moyenne un PSF plus fort que les éprouvettes à faibles valeurs. Cette différence de PSF entre bois normal et bois de tension est mentionnée par Onaka (Onaka 1949).

La représentation du PSF mesuré suivant la direction L en fonction de la DRLM pour le châtaignier (figure37) montre le même type de tendance que ce qui était observé avec le retrait suivant L. Pourtant, les points de valeurs de DRLM négatives semblent ne pas réagir linéairement avec les autres mesures de PSF pour les faibles valeurs de DRLM. Cette rupture pourrait indiquer que des transformations plus importantes ont eu lieu dans les parois des fibres dans cette zone de "bois de compression".

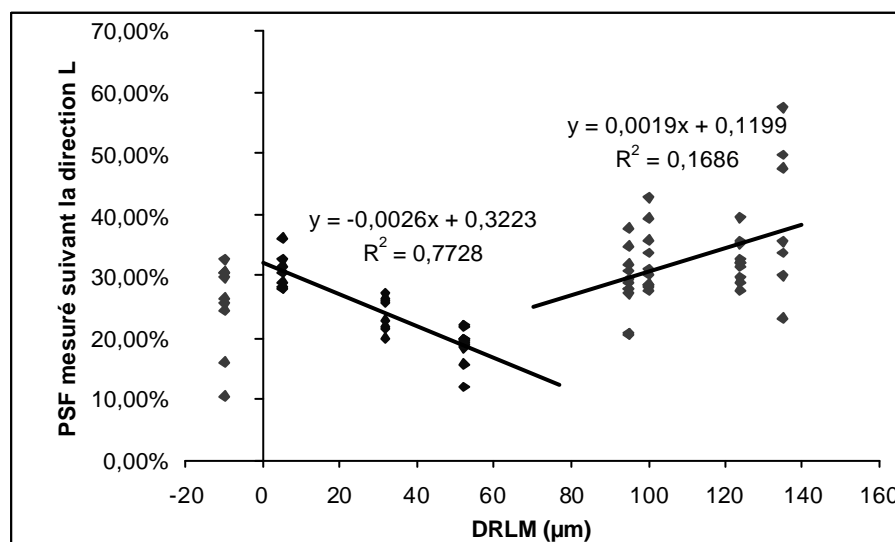


figure37 : PSF mesuré dans la direction longitudinale en fonction de la DRLM

Les éprouvettes issues des zones à fortes valeurs de DRLM ayant un PSF plus élevé en moyenne, on peut se demander quelle est l'influence de la présence de fibres à couche G sur les scénarios de séchage (isotherme de désorption). Nous cherchons à regarder si le retrait dans les fibres à couche G commence à s'exprimer plus tôt : autrement dit, existe-t-il une phase pendant laquelle, les fibres à couche gélatineuse commenceraient à se rétrécir alors que les fibres de bois normal ne subiraient pas encore de variations dimensionnelles. Deux scénarios peuvent être schématisés comme sur la figure38. Le scénario A ne permet pas un retard du retrait du bois normal par rapport au bois de tension alors que le scénario B le permet.

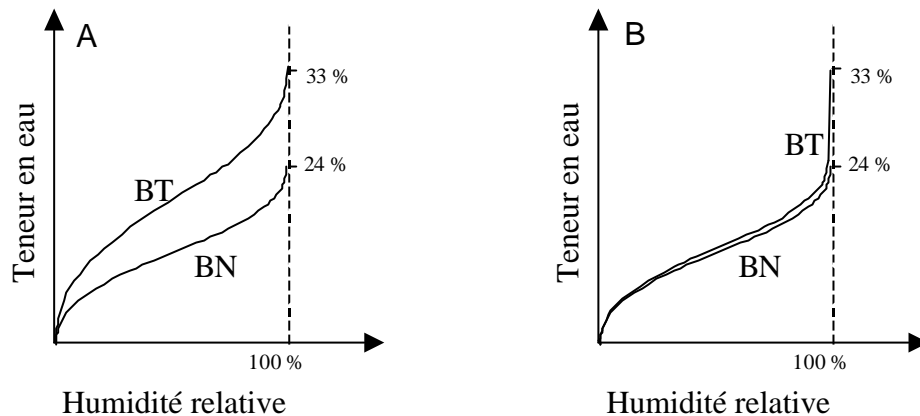


figure38 : deux scénarios d'isotherme de désorption pour le bois de tension (BT) comparés à un isotherme de désorption du bois normal (BN).

Nous nous intéressons aux humidités de stabilisation du bois en fonction de l'humidité relative pour les différentes classes de DRLM. Il apparaît qu'il n'y a pas de corrélation significative entre l'humidité de stabilisation du bois et la DRLM que ce soit à 75 % ($r^2 = 0,06$) ou à 50 % ($r^2 = 0,07$) d'humidité relative alors le coefficient de corrélation est de $r^2 = 0,21$ pour l'humidité de point de saturation des fibres mesurée suivant L. Ceci signifie que l'humidité de stabilisation du bois (teneur en eau du bois) pour une humidité relative donnée dépend peu ou pas de la teneur en fibres à couche G. Ceci serait en faveur de la représentation B (figure38). Pour confirmer ce scénario, on étudie la progression du retrait en fonction de l'humidité relative (figure39) et (figure40).

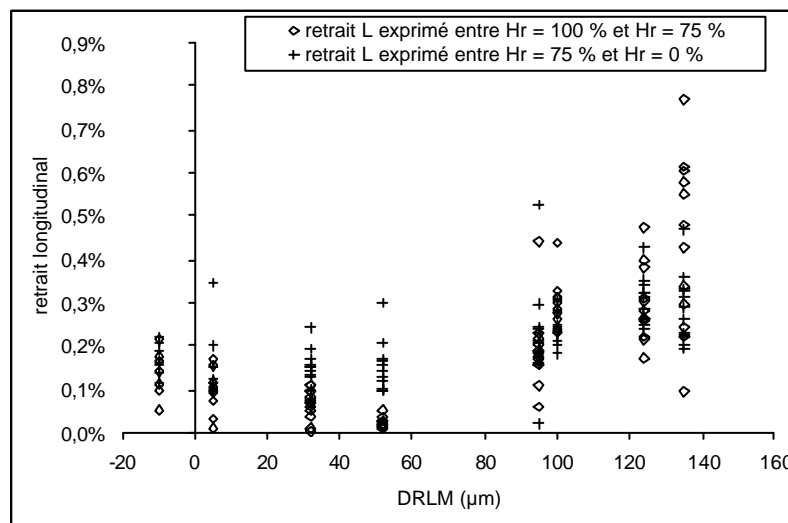


figure39 : représentation de la part du retrait longitudinal total exprimée entre Hr = 100 % et Hr = 75 % et exprimée entre Hr = 75 % et Hr = 0 % en fonction de la DRLM.

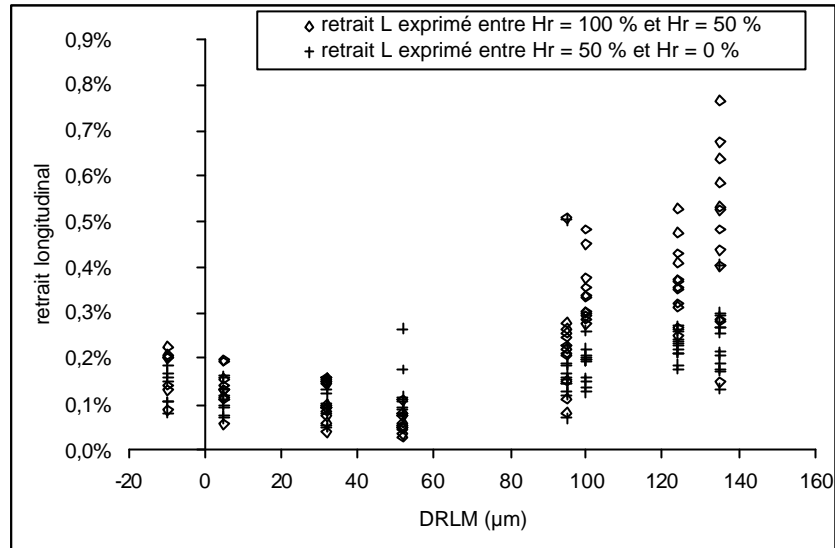


figure40 : représentation de la part du retrait longitudinal total exprimée entre Hr = 100 % et Hr = 50 % et exprimé entre Hr = 50 % et Hr = 0 % en fonction de la DRLM.

La figure39 montre que dans le bois normal, une partie mineure du retrait s'exprime entre l'état saturé et une humidité relative de 75 % (soit une humidité moyenne du bois de 15 %) et la majeure partie du retrait longitudinal s'exprime entre une humidité relative de 75 % et l'état anhydre. Cette observation est d'autant plus vraie que l'on s'éloigne des très faibles valeurs de DRLM. Au contraire, pour les éprouvettes issues de zones à forte valeur de DRLM, en moyenne, une plus grande partie du retrait longitudinal s'exprime entre l'état saturé et l'état pour une humidité relative de 75 %.

Ceci peut aussi être représenté par un histogramme des phases du retrait par classe de DRLM (figure 41).

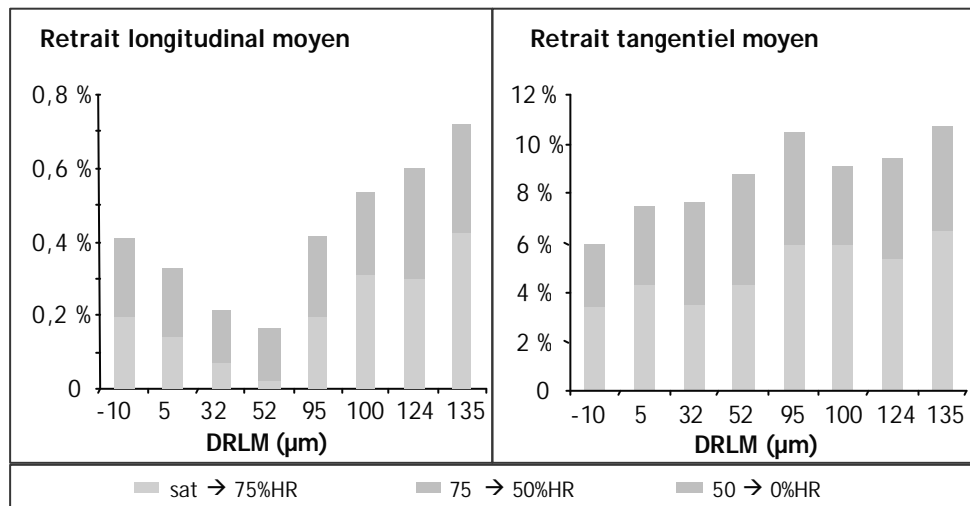


figure 41 : phases des retraits longitudinal et tangentiel moyen par classe de DRLM.

Ces histogrammes permettent de voir que, dans la direction longitudinale, pour le bois normalement tendu (DRLM=52μm) moins de 10 % du retrait total est exprimé avant 75 % d'humidité relative alors que dans la même gamme de variation d'humidité, plus de 50 % du retrait total s'est exprimé pour les bois très tendu. Les frts retraits axiaux du bois de tension et du bois de compression semblent trouver leur origine dans cette première phase du séchage.

Ces différentes remarques peuvent être schématisées par les isothermes de désorption moyens pour chaque classe de DRLM (figure42). Le manque de valeurs d'humidité relative,

notamment entre 75 % et 100 % d'humidité relative, empêche de conclure sur le scénario exact, bien que le B semble plus proche de la réalité. On peut noter aussi sur la figure42 le comportement encore atypique du "bois de compression".

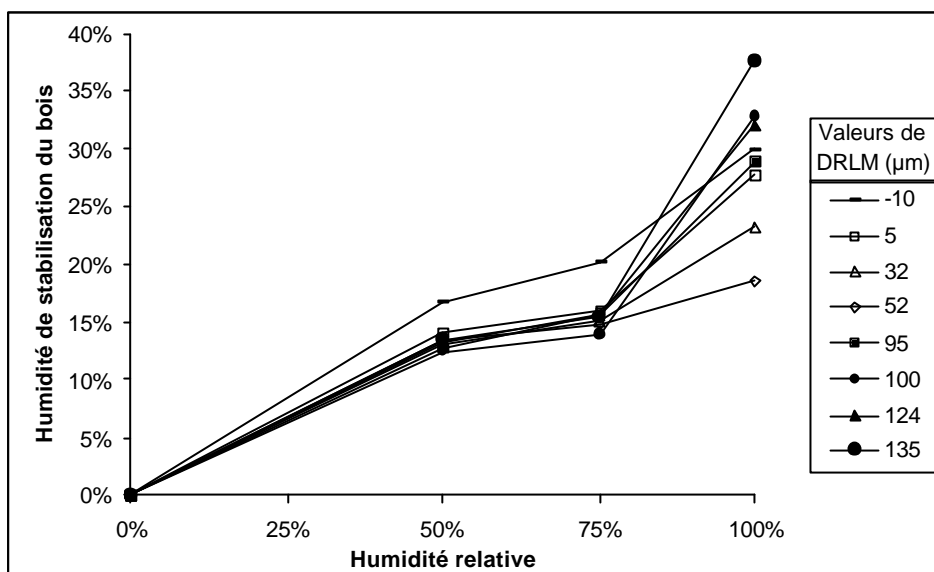


figure42 : isothermes de désorption moyens pour les 8 classes de DRLM sur le châtaignier

A titre d'illustration, la figure43 simule le retrait longitudinal d'un échantillon de taille 1 à l'état saturé d'après les valeurs moyennes de retrait aux différentes humidités relatives pour les 8 classes de DRLM.

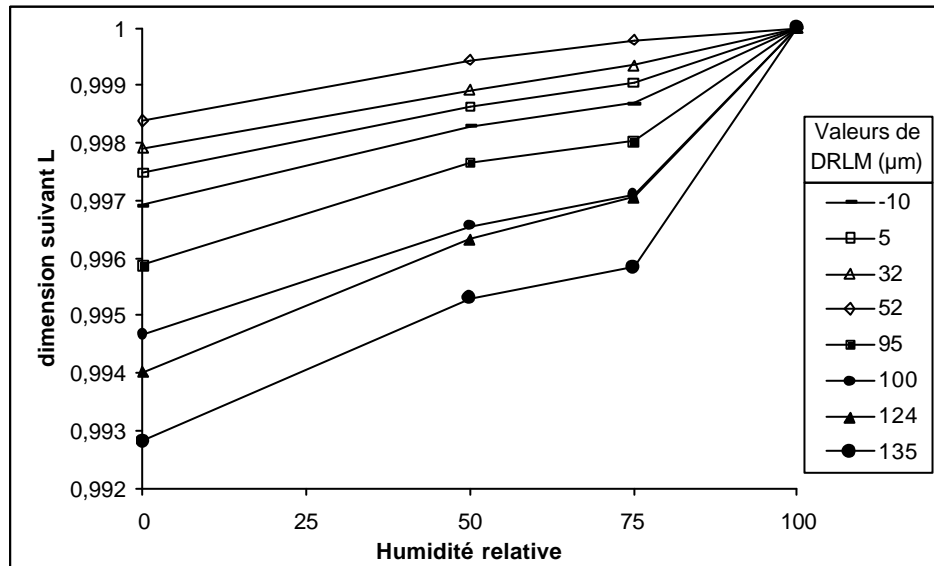


figure43 : variation dimensionnelle longitudinale d'un échantillon de dimension saturé égal à 1 en fonction de l'humidité relative pour 8 classes de DRLM

On remarque pour les échantillons à forte valeur de DRLM, un retrait important dans la première phase du séchage pour une faible baisse d'humidité relative puis un retrait plus "doux" dans un second temps. De manière bien moindre, le même type de remarque peut être faite pour les échantillons de très faibles valeurs de DRLM par rapport aux échantillons de valeurs "normales" de DRLM.

Si l'on regarde maintenant les variations dimensionnelles d'un échantillon en fonction de son humidité (figure44), on observe globalement une bonne linéarité dans la relation dimension – humidité de stabilisation.

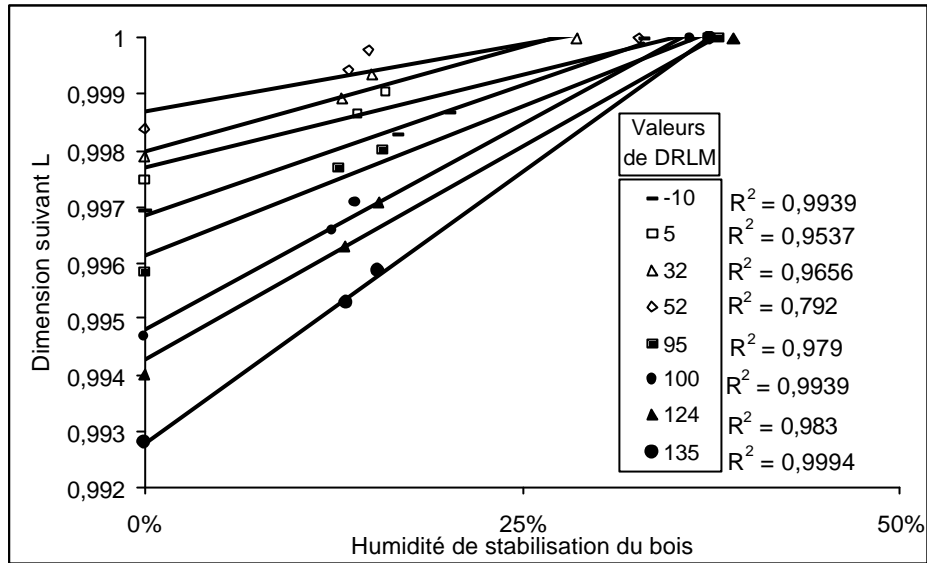


figure44 : variation dimensionnelle longitudinale d'un échantillon de dimension égale à 1 à l'état saturé en fonction de son humidité pour 8 classes de DRLM

Ceci correspond au fait que, expérimentalement, l'alignement des points a été contrôlé et quelques éprouvettes ont été retirées pour le manque de linéarité lors de la mesure de PSF. Les valeurs retirées correspondent à des valeurs faibles de DRLM (tableau 12).

Classes de DRLM	-10	5	32	52	95	100	124	135
mesures supprimées	5	3	0	1	1	1	0	0
Nombre totale de mesures	12	12	12	12	12	12	12	12

tableau 12 : nombre de valeurs de PSF non prises en compte dans chaque classe de DRLM

IV.1.3. PSF, retrait et rétractabilité

Les PSF et les retraits suivant une même direction sont bien corrélés (figure45 et figure46). Ceci confirme que dans les éprouvettes à fort retrait, l'eau liée commence à se retirer pour une humidité d'équilibre du bois plus élevée que dans les éprouvettes à faible retrait.

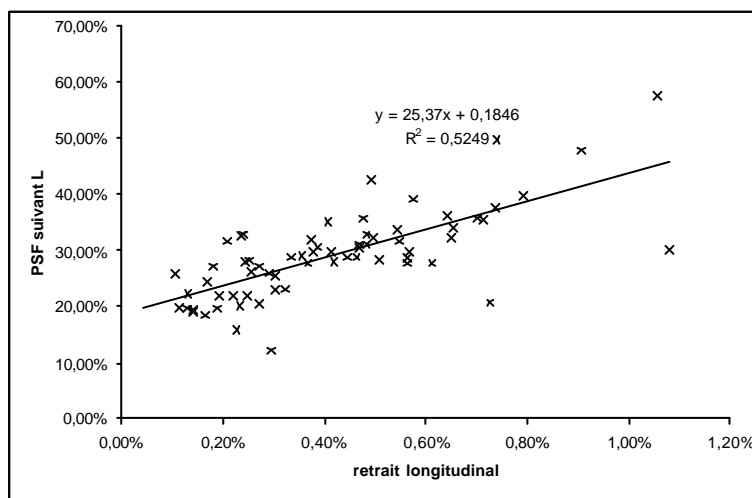


figure45 : représentation du PSF suivant L en fonction du retrait longitudinal.

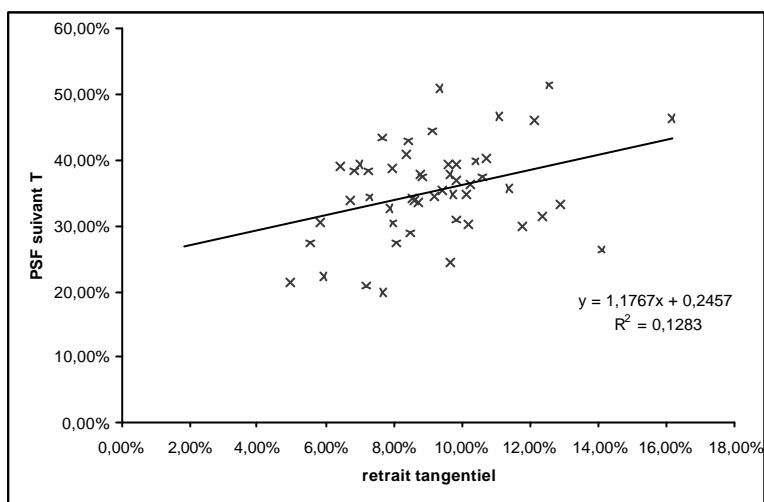


figure46 : représentation du PSF suivant T en fonction du retrait tangentiel.

Ce départ plus rapide de l'eau liée pourrait vouloir dire que la rétractabilité est comparable quel que soit le retrait total de l'éprouvette et que seul le point de départ du retrait (PSF) serait déterminant pour le retrait total. Or, à la fois suivant L et T, les forts retraits sont accompagnés d'une forte rétractabilité (figure47). Les deux phénomènes semblent donc conjugués.

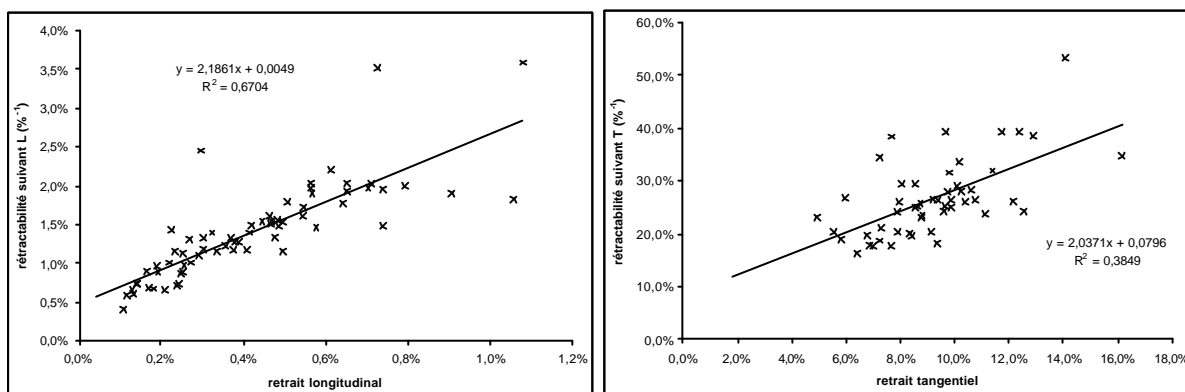


figure47 : corrélation positive de la rétractabilité et du retrait suivant L et T pour le châtaignier.

IV.1.4. Relation entre DRLM et module d'élasticité

On observe une corrélation positive entre les mesures de module et de DRLM (figure48). Cette observation a aussi été faite sur des éprouvettes de peuplier mesurées par un essai de flexion 3 points (Cutand *et al.* 2001) et confirmé par des essais de traction (observations personnelles). Pourtant, d'autres auteurs ne trouvent pas de relation entre ces deux mesures ou entre le module et la quantité de fibres G que l'on sait bien corrélée à la DRLM (Chow 1946 ; Ferrand 1982b ; Ferrand 1982a ; Sassus 1998 sur le hêtre, Baillères 1994 sur de l'eucalyptus sans fibres G, Sassus 1998 sur le peuplier).

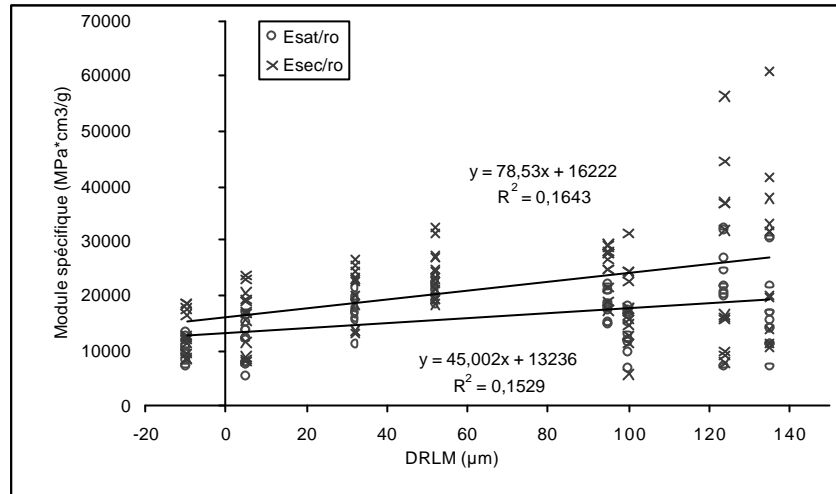


figure48 : relation entre module spécifique et DRLM chez le châtaignier

Si l'on dissocie le comportement des éprouvettes sans fibres à couche G (DRLM de -10 à $52 \mu\text{m}$) de l'ensemble des éprouvettes, on observe à l'état vert, une forte corrélation dans la relation entre DRLM et module spécifique pour les faibles valeurs de DRLM (figure49).

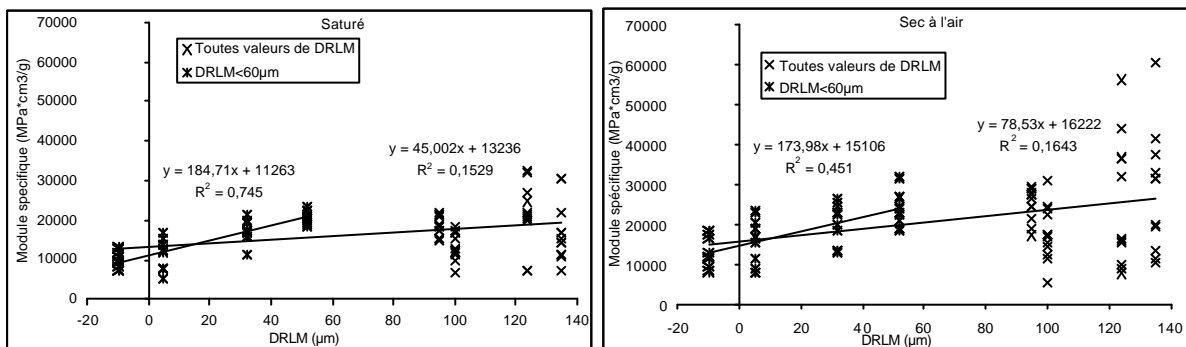


figure49 : relation entre module spécifique et DRLM en fonction des classes de DRLM considérées. A gauche : état saturé, à droite : état sec.

Cette forte corrélation peut s'expliquer comme pour le retrait longitudinal par la variation d'angle des microfibrilles dans la couche S_2 . Ce comportement du bois a déjà été observé et modélisé (Cave 1969 ; Salmén et de Ruvo 1985 ; Norimoto *et al.* 1986 ; Koponen *et al.* 1989 ; Bergander et Salmén 2000a ; Watanabe et Norimoto 2000). A l'état sec, la corrélation pour les faibles valeurs de DRLM est moins bonne, le passage par l'état anhydre des éprouvettes avant les essais de traction pourrait être à l'origine de cette observation ; cette déshydratation peut avoir provoqué des fissures internes ou des décollements de couches fragilisant localement l'éprouvette de bois normal.

Dans les éprouvettes comprenant des fibres à couche G (DRLM supérieures à $80 \mu\text{m}$), on observe une forte dispersion des valeurs de module. Dans le bois saturé, cette dispersion est accompagnée d'une forte rupture de pente dans la relation avec la DRLM. Cette rupture de pente est moins forte à l'état sec.

Ces observations nous amènent à discuter de la contribution à la rigidité longitudinale des fibres à couche gélatineuse. A l'état vert, la présence de fibres à couche gélatineuse semble globalement baisser la rigidité de la matière ligneuse par rapport à ce qu'on attendrait dans la continuité des modules des éprouvettes à faibles valeurs de DRLM.

Cette observation peut s'expliquer à l'échelle anatomique par l'amincissement de la couche S_2 qui contribue donc plus faiblement à la rigidité globale et un épaissement de la couche S_1 (Norberg et Meier 1966) que l'on sait peu rigide vu l'angle des microfibrilles. Quant à la contribution de la couche gélatineuse, il faudrait que sa rigidité à l'état vert soit faible ou que son adhérence à la couche S_2 soit suffisamment faible pour ne pas contribuer. L'hypothèse d'une faible adhérence soutenue par certains auteurs (Norberg et Meier 1966), en raison de son décollement observé sur les coupes anatomiques, est pourtant difficile à imaginer si l'on considère la couche gélatineuse comme le moteur des fortes contraintes de tension dans le bois de tension. C'est donc l'hypothèse d'une faible rigidité de la couche G à l'état vert qui semble la plus plausible. Cette faible rigidité axiale est paradoxale si l'on considère l'orientation des microfibrilles et la forte teneur en cellulose à haut degré de cristallinité de cette couche. La présence de discontinuités observées par Chow (Chow 1946) dans la couche G perpendiculairement à l'axe de la fibre pourrait en être l'origine.

A l'état sec à l'air, la contribution de la couche gélatineuse semble franchement différente : celle-ci semble rigidifier la paroi. Ceci encore est paradoxal si l'on considère que le fort retrait transverse de la couche G par rapport à la couche S_2 devrait favoriser le décollement de la couche G. Pour interpréter ce phénomène, on doit considérer que la cohésion est toujours forte et que la couche G s'est fortement rigidifiée dans le sens axial. Il pourrait notamment y avoir une recristallisation dans la paroi lors du séchage qui rigidifierait les zones de discontinuités présentes à l'état vert.

La forte augmentation du module des éprouvettes comprenant de la fibre G entre l'état saturé et l'état sec par rapport à l'augmentation de module des éprouvettes de bois normal a été observée de manière aussi flagrante sur des éprouvettes de peuplier (mesures personnelles sur les éprouvettes ayant servi à l'étude de C. Coutand (Coutand *et al.* 2001) (figure50).

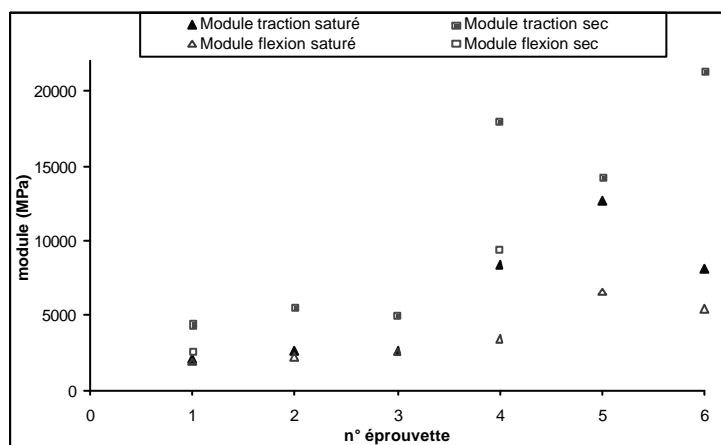


figure50 : module mesuré à l'état saturé et à l'état sec en flexion 3 points (mesures C. Coutand) et en traction pour 3 éprouvettes de bois normal (n° 1-3) et trois éprouvettes de bois de tension à fibre G (n° 4-6) de peuplier (le module de flexion à sec n'est présenté que pour une éprouvette de bois normal et une de bois de tension)

A titre de remarque, on peut citer ces mots de Keller (Keller 1994) à propos de la résistance du bois de tension à couche G : "Des observations faites chez *Populus* ont montré qu'en traction longitudinale s'il est plus faible à l'état vert que le bois normal, il peut le dépasser lorsqu'il est séché (adhérence de la couche G meilleure à l'état sec qu'à l'état vert ?)".

IV.1.5. Influence de la profondeur de prélèvement

L'échantillonnage a permis de retrouver la profondeur approximative de prélèvement de chaque éprouvette. Sur l'ensemble des propriétés mesurées chez le châtaignier, on observe une dispersion beaucoup plus importante des valeurs sur les éprouvettes prélevées à proximité de

l'écorce. Ce qui conduit à une absence totale de corrélation si l'on ne considère que ces valeurs. En revanche si l'on exclut les éprouvettes prélevées à proximité de l'écorce, les corrélations sont globalement plus significatives.

Nous représentons pour illustrer cette remarque la relation entre le module spécifique sec à l'air et la DRLM pour le châtaignier en utilisant toutes les mesures et seulement les mesures pour les éprouvettes prélevées aux profondeurs "2" et "3" (figure51).

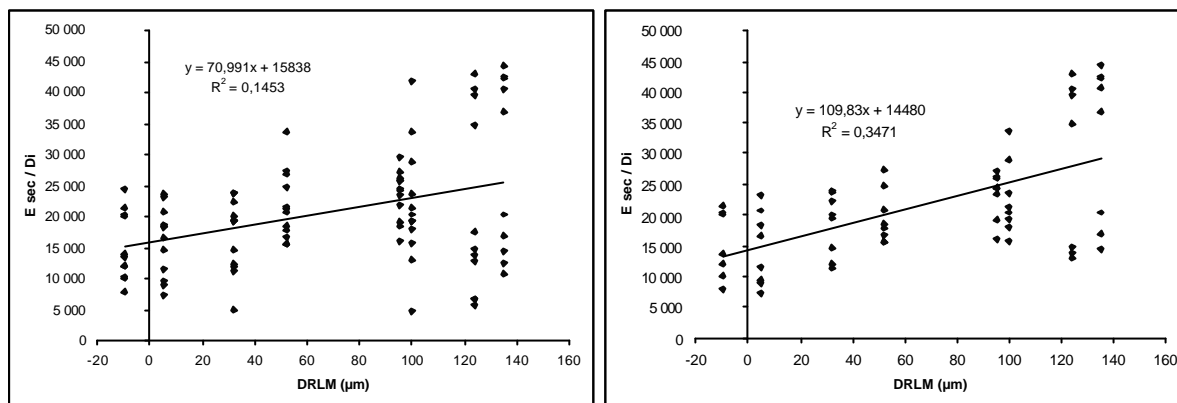


figure51 : relation entre le module spécifique sec à l'air et la DRLM pour le châtaignier pour l'ensemble des éprouvettes (à gauche) et pour les éprouvettes non prélevées en périphérie de l'arbre

Si l'on tient compte de la totalité des mesures (96), le coefficient de corrélation $r^2 = 0,1453$ est à comparer avec la valeur seuil pour une signification inférieure à 0,1 % de $r^2 = 0,1071$. Si l'on exclut les mesures sur les éprouvettes à proximité de l'écorce (restent 64 mesures), le coefficient de corrélation $r^2 = 0,3471$ est à comparer avec la valeur seuil pour une signification inférieure à 0,1 % de $r^2 = 0,1567$.

La figure51 montre que la plupart des valeurs extrêmes de module spécifique pour une classe de DRLM ont été mesurées dans les éprouvettes prélevées à proximité de l'écorce.

IV.2. Relation entre la microstructure et les propriétés chez le châtaignier

Pour l'étude de la microstructure, seul le critère de la quantité de fibres comportant une paroi gélatineuse a été pris en compte. Cette quantité de fibres à couche gélatineuse (noté FG) est exprimée en pourcentage de la surface totale de la coupe (%FG/tot) et en pourcentage de la matière ligneuse (surface totale moins la surface des lumens : %FG/ML). Les propriétés macroscopiques sont comparées à cette quantité de fibres à couche G soit pour la totalité des éprouvettes soit uniquement pour les éprouvettes en contenant (éprouvettes de valeur de %FG nulles exclues : noté (NE)). En effet, étant donné que la moitié des éprouvettes ne comportent pas de FG, les relations entre propriétés et %FG sont plus influencées par une information binaire : présence ou absence de FG, alors que les relations entre propriétés et %FG (NE) sont uniquement influencées par la proportion de FG dans les éprouvettes étudiées.

La matrice des coefficients de corrélation des régressions linéaires entre les différentes propriétés est complétée par ces nouvelles données anatomiques pour le châtaignier (tableau 13).

Châtaignier	drlm	Infra densité	PSF T	PSF L	retrait T	retrait L	Esat	Esat/Di	Esec	Esec/Di	%FG/tot	%FG/ML	%FG/tot (NE)	%FG/ML (NE)
Drlm	1,0000										***	***	***	**
infradensité	0,1132	1,0000									NS	NS	NS	NS
PSF T	0,1525	0,0168	1,0000								NS	NS	NS	NS
PSFL	0,4601	0,1701	0,3406	1,0000							***	***	**	**
retrait T	0,6062	0,1172	0,3582	0,1834	1,0000						***	***	NS	NS
retrait L	0,7271	0,2091	0,1575	0,7245	0,4342	1,0000					***	***	**	***
E sat	0,4971	0,0473	0,1134	0,2413	0,4954	0,2228	1,0000				***	***	***	***
Esat/Di	0,4126	0,1487	0,0025	0,0322	0,4103	0,0145	0,9486	1,0000			***	***	**	**
Esec	0,4232	0,1147	0,0653	0,3408	0,3655	0,2849	0,6516	0,5867	1,0000		***	***	***	***
Esec/Di	0,3812	0,0845	0,1383	0,3419	0,2972	0,3183	0,6231	0,5581	0,9639	1,0000	***	***	***	***
%FG/tot	0,7541	0,1705	0,1081	0,6055	0,4863	0,7266	0,5688	0,3933	0,6339	0,6261	1,0000	***	***	***
%FG/ML	0,8021	0,1791	0,1653	0,5921	0,5041	0,7401	0,5444	0,3733	0,6033	0,5839	0,9834	1,0000	***	***
%FG/tot (NE)	0,4231	0,0047	-0,1189	0,4617	0,1601	0,4124	0,5434	0,4468	0,6674	0,6941	1,0000	0,9705	1,0000	***
%FG/ML (NE)	0,3993	-0,0105	-0,0423	0,4009	0,1372	0,3682	0,5135	0,4267	0,6491	0,6623	0,9705	1,0000	0,9705	1,0000

tableau 13 : complément à la matrice de corrélation pour le châtaignier. Les valeurs de r sont données dans la moitié inférieure gauche et le seuil de signification dans la partie supérieure droite (NS non significatif, * pour un seuil inférieur à 5 %, ** inférieur à 1 % et *** inférieur à 0,1 %).

On remarque la forte corrélation entre la quantité de fibres à paroi G et l'ensemble des propriétés dans la direction longitudinale et l'absence de corrélation avec les propriétés tangentielles dans le cas du %FG (NE).

IV.2.1. Relation entre % fibres à couche G et DRLM

La valeur de DRLM mesurée dans l'arbre sur pied est comparée à la quantité de fibres à couche G dans les éprouvettes usinées en périphérie des points de mesures (figure52).

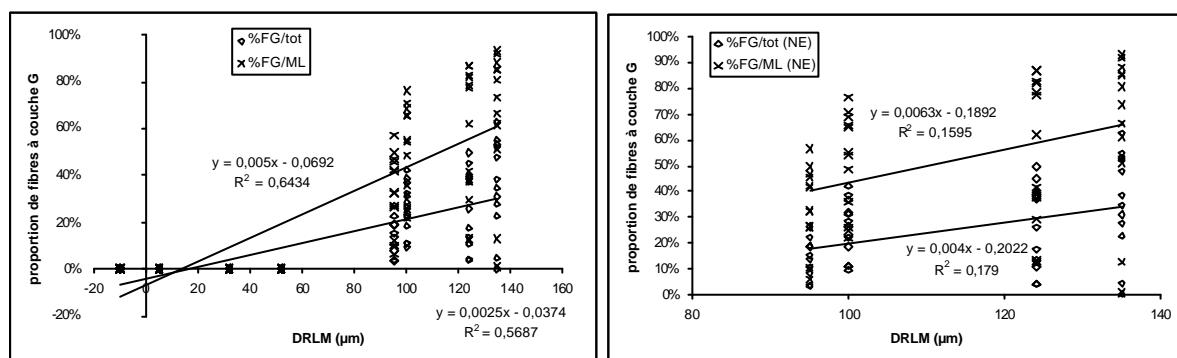


figure52 : relation entre DRLM et proportion de fibres à couche gélatineuse sur la coupe (%FG/tot) et sur la matière ligneuse (%FG/ML) en comptabilisant (à gauche) ou pas (à droite) les éprouvettes sans fibres à couche G.

La figure52 montre la forte corrélation entre la présence de fibres à couche gélatineuse et la mesure de DRLM. Ceci dit, la mesure de DRLM étant macroscopique, il arrive que certaines éprouvettes prélevées à proximité d'une zone fortement tendue ne contiennent que très peu de fibres à couche G. Pour remarque, si l'on prolonge les droites de régression linéaire pour déterminer la valeur de DRLM correspondant à une proportion nulle de fibres à couche G (non représenté sur la figure52), on obtient les valeurs de DRLM 30 et 50 µm. Ces valeurs sont tout à fait représentatives des valeurs que l'on peut trouver dans du bois normal.

Par ailleurs, nous constatons là aussi que la profondeur du prélèvement a une importance, si nous excluons les éprouvettes prélevées à proximité du cambium, les corrélations sont plus fortes (figure53). On peut donner pour explication que dans les éprouvettes prélevées à proximité du cambium, la fibre G est en cours de maturation et n'est pas totalement construite ou différenciable par la technique de coloration utilisée.

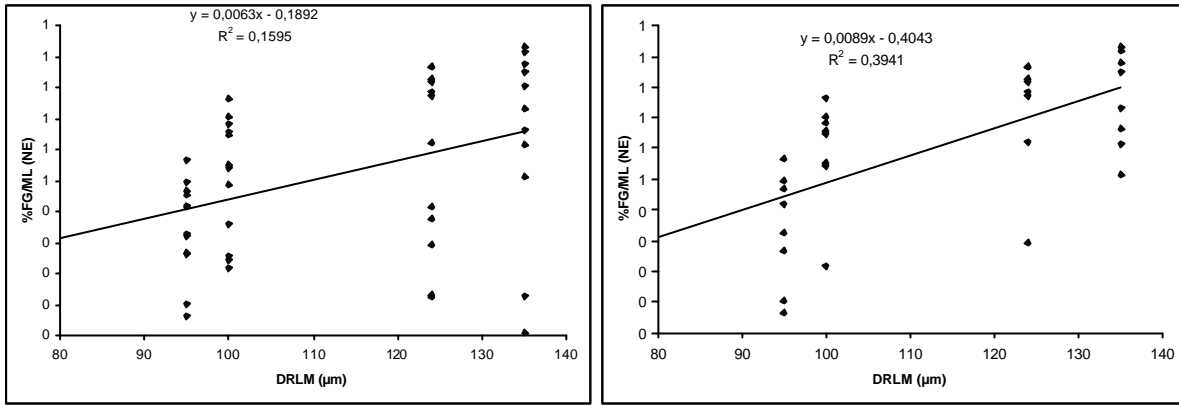


figure53 : relation entre DRLM et proportion de fibres à couche gélatineuse dans la matière ligneuse pour l'ensemble des éprouvettes contenant des fibres à couche G (à gauche) et pour les éprouvettes contenant des fibres à couche G à l'exclusion des éprouvettes prélevées en périphérie de l'arbre (à droite).

IV.2.2. Relation entre % fibres à couche G et PSF

La présence de fibres à couche gélatineuse ne semble pas affecter le PSF mesuré suivant la direction tangentielle (tableau 13). En revanche, dans la direction longitudinale, le PSF croît avec la proportion de fibres à couche G (figure54).

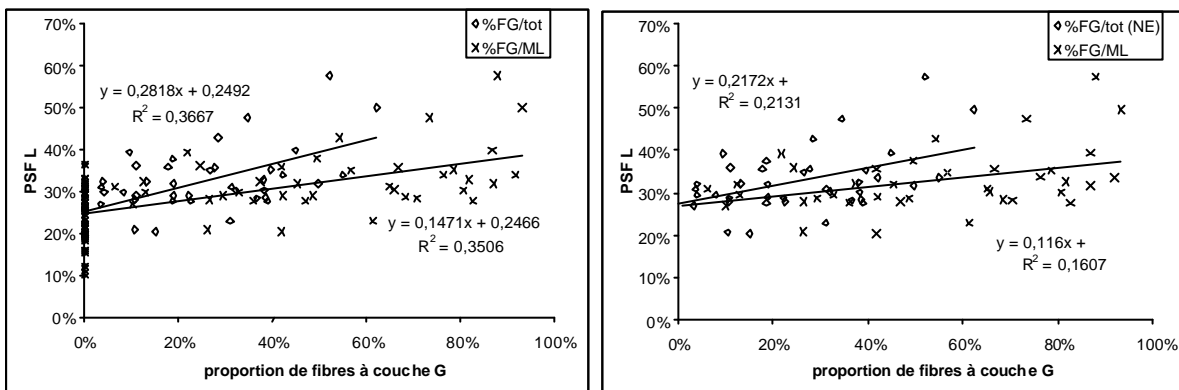


figure54 : relation entre PSF suivant L et proportion de fibres à couche gélatineuse sur la coupe (%FG/tot) et sur la matière ligneuse (%FG/ML) en comptabilisant (à gauche) ou pas (à droite) les éprouvettes sans fibres à couche G.

IV.2.3. Relation entre % fibres à couche G et retraits

Dans le cas du retrait aussi, dans la direction tangentielle, la proportion de fibres G dans les éprouvettes en contenant ne peut pas être corrélée avec la mesure de retrait. Pourtant, si l'on considère la totalité des éprouvettes, la corrélation devient significative à 0,1 %. Ceci indique que les fibres à couche G ne sont pas le moteur du fort retrait tangentiel chez le châtaignier, mais que les zones en comprenant (en l'occurrence les zones à forte DRLM) sont l'objet d'un fort retrait. Ce retrait peut donc trouver son explication dans les autres couches de la paroi cellulaire. Cette remarque est à mettre en relation avec l'observation de croissance linéaire du retrait tangentiel avec la DRLM (figure32) qui ne semblait pas être perturbée par la présence de fibres à couche G alors que le retrait L en était fortement affecté (figure34).

L'observation du retrait longitudinal en fonction de la proportion de fibres à couche G (figure55) confirme l'influence de la fibre à couche G sur le retrait longitudinal.

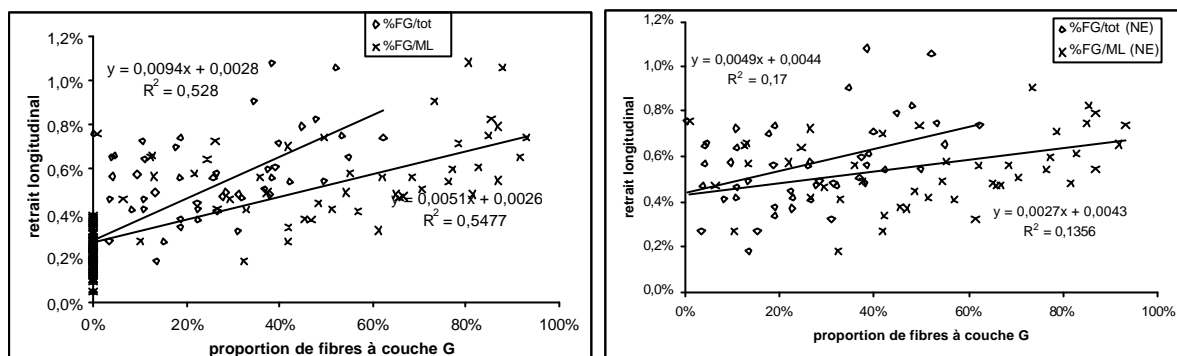


figure55 : relation entre retrait longitudinal et proportion de fibres à couche gélatineuse sur la coupe (%FG/tot) et sur la matière ligneuse (%FG/ML) en comptabilisant (à gauche) ou pas (à droite) les éprouvettes sans fibres à couche G.

IV.2.4. Relation entre % fibres à couche G et module

Le module dans la direction longitudinale est lui aussi corrélé à la présence de fibres à couche gélatineuse (figure56 et figure57). La présence de fibres à couche gélatineuse étant fortement liée à la DRLM, on pourrait reformuler les remarques faites au paragraphe IV.1.3. de ce chapitre.

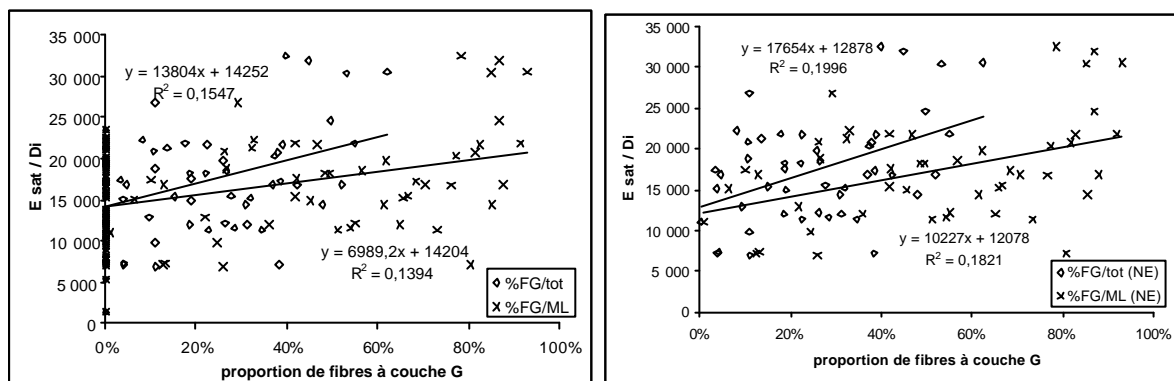


figure56 : relation entre module spécifique à l'état saturé et proportion de fibres à couche gélatineuse sur la coupe (%FG/tot) et sur la matière ligneuse (%FG/ML) en comptabilisant (à gauche) ou pas (à droite) les éprouvettes sans fibres à couche G.

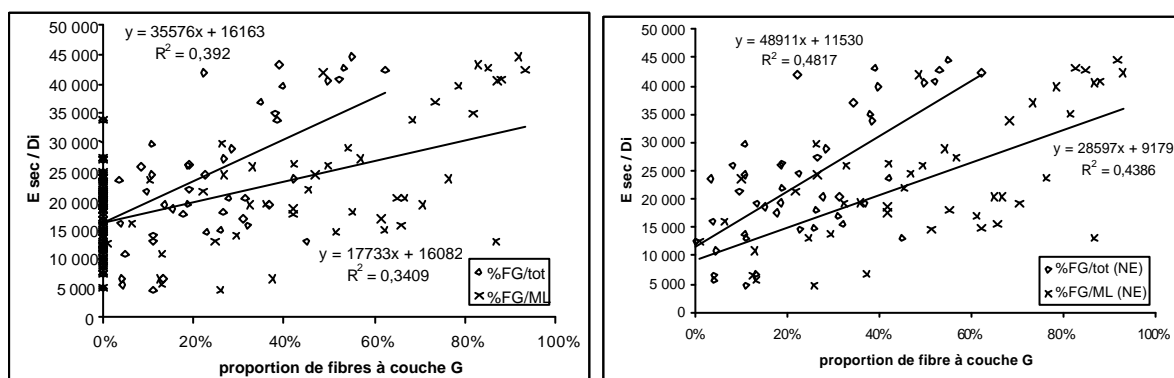


figure57 : relation entre module spécifique à l'état sec à l'air et proportion de fibres à couche gélatineuse sur la coupe (%FG/tot) et sur la matière ligneuse (%FG/ML) en comptabilisant (à gauche) ou pas (à droite) les éprouvettes sans fibres à couche G.

Au vu des corrélations plus fortes à l'état sec qu'à l'état saturé, il semblerait que les fibres à couche G contribuent davantage à la rigidité dans l'état sec. Cette observation confirme les arguments présentés au paragraphe IV.1.3.

Pour comparer les rigidités des éprouvettes entre les états saturé et sec, nous observons le gain en rigidité pour chaque éprouvette (module sec / module saturé), en fonction du pourcentage de fibre à couche G ().

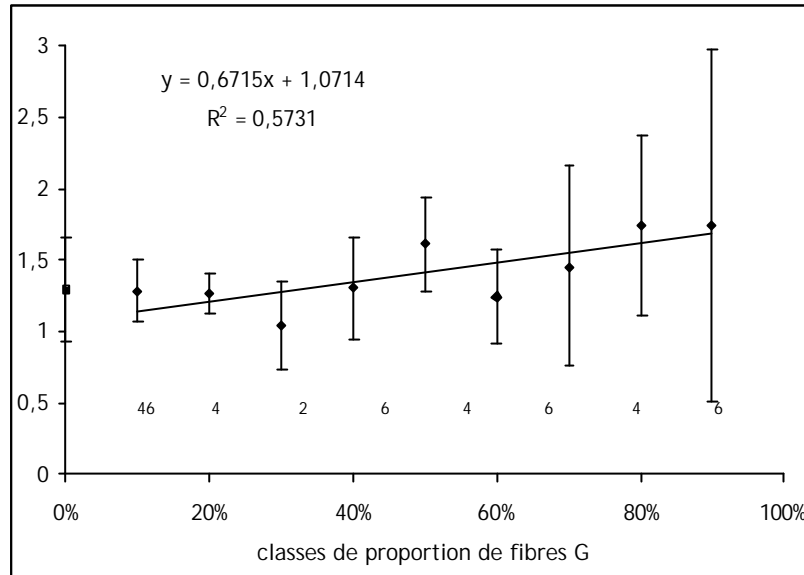


figure 58 : gain en rigidité (module sec / module saturé) en fonction de la proportion de couche G

Nous observons un plus fort gain en rigidité en présence de fibre à couche G, mais surtout nous remarquons la très forte dispersion plus il y a de fibre à couche G. Certaines éprouvettes pouvant être jusqu'à 3 fois plus rigides et d'autre 2 fois moins après séchage. Ceci serraient en faveur de l'hypothèse d'une forte rigidification de la couche G avec parfois son décollement entraînant une forte baisse de la rigidité de l'éprouvette.

IV.3. Identification des propriétés de la fibre de bois normal et de la fibre à paroi gélatineuse.

Nous proposons de modéliser l'éprouvette comme un empilement en série de plages de fibres de bois normal, de plages de fibres de bois de tension (fibres comprenant une paroi gélatineuse) et de plages vides (lumens des fibres et des vaisseaux). Nous supposons un parfait débit de l'éprouvette suivant le sens les fibres.

L'éprouvette peut alors être schématisée comme sur la figure59.

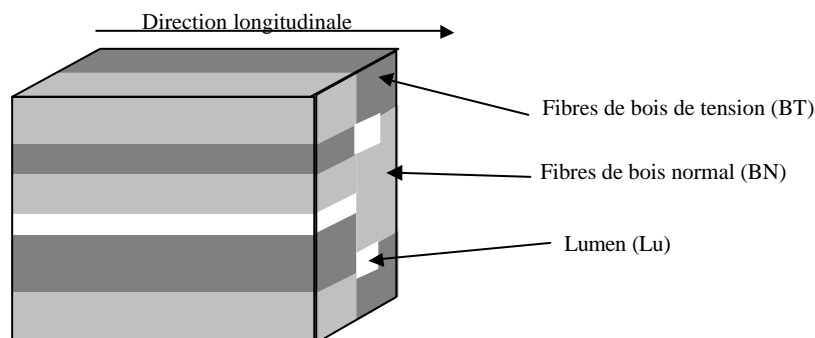


figure59 : schématisation d'une éprouvette comprenant deux types de tissus et du vide.

Si l'on applique une force F_{macro} (suivant la direction longitudinale) sur la surface S_{macro} de l'échantillon, la contrainte est donnée par $\sigma_{\text{macro}} = F_{\text{macro}} / S_{\text{macro}}$

La contrainte suivant la direction longitudinale n'est pas homogène sur toute la surface RT de l'échantillon de sorte que la contrainte totale (macro) est égale à la somme des contraintes des constituants. La déformation totale de l'échantillon est supposée homogène, ainsi les déformations des constituants sont égales à la déformation macroscopique.

$$\sigma_{\text{macro}} = \sigma_{\text{BT}} + \sigma_{\text{BN}} + \sigma_{\text{Lu}} \quad (30) \quad \text{et} \quad \varepsilon_{\text{BT}} = \varepsilon_{\text{BN}} = \varepsilon_{\text{Lu}} = \varepsilon_{\text{macro}} \quad (31)$$

σ désigne le tenseur des contraintes et ε le tenseur des déformations.

La loi de comportement élastique est donnée par $\sigma = C \cdot \varepsilon$ avec C le tenseur des rigidités.

Ainsi, $\sigma_{\text{macro}} = \sigma_{\text{BT}} + \sigma_{\text{BN}} + \sigma_{\text{Lu}} = C_{\text{BT}} \cdot \varepsilon_{\text{BT}} + C_{\text{BN}} \cdot \varepsilon_{\text{BN}} + C_{\text{Lu}} \cdot \varepsilon_{\text{Lu}}$ avec $C_{\text{Lu}} = 0$. (32)

$$F_{\text{macro}} = \sigma_{\text{macro}} \times S_{\text{macro}} = F_{\text{BT}} + F_{\text{BN}} = \sigma_{\text{BT}} \times S_{\text{BT}} + \sigma_{\text{BN}} \times S_{\text{BN}} \quad (33)$$

$$\sigma_{\text{macro}} = \sigma_{\text{BT}} \cdot S_{\text{BT}} / S_{\text{macro}} + \sigma_{\text{BN}} \cdot S_{\text{BN}} / S_{\text{macro}} \quad (34)$$

$$\sigma_{\text{macro}} = \sigma_{\text{BT}} \cdot x_{\text{BT}} + \sigma_{\text{BN}} \cdot x_{\text{BN}} \quad (35) \quad \text{avec } x_i \text{ la fraction surfacique (ou volumique) de } i$$

$$\sigma_{\text{macro}} = C_{\text{BT}} \cdot \varepsilon_{\text{BT}} \cdot x_{\text{BT}} + C_{\text{BN}} \cdot \varepsilon_{\text{BN}} \cdot x_{\text{BN}} \quad (36)$$

$$\sigma_{\text{macro}} = (C_{\text{BT}} \cdot x_{\text{BT}} + C_{\text{BN}} \cdot x_{\text{BN}}) \varepsilon_{\text{macro}} \quad (37)$$

$$C_{\text{macro}} = C_{\text{BT}} \cdot x_{\text{BT}} + C_{\text{BN}} \cdot x_{\text{BN}} \quad (38)$$

On peut donc écrire pour le module d'Young dans la direction longitudinale :

$$E_{\text{Lmacro}} = x_{\text{BT}} \cdot E_{\text{LBT}} + x_{\text{BN}} \cdot E_{\text{LBN}} \quad (39)$$

Pour estimer le retrait longitudinal des fibres à couche G et celui des fibres de bois normal (que l'on considèrera constant dans les éprouvettes contenant des fibres à couche gélatineuse), le même type de raisonnement est utilisé en cherchant la contrainte qu'il faudrait appliquer pour contrecarrer la déformation induite par le retrait. Cette contrainte peut s'écrire comme le produit du module par le retrait :

$$E_{\text{Lmacro}} \cdot \alpha_{\text{Lmacro}} = x_{\text{BT}} \cdot E_{\text{LBT}} \cdot \alpha_{\text{BT}} + x_{\text{BN}} \cdot E_{\text{LBN}} \cdot \alpha_{\text{BN}} \quad (40)$$

IV.3.1. Module

Nous cherchons à ajuster une valeur de E_{LBT} et une valeur de E_{LBN} telles que pour chaque éprouvette soit retrouvée la valeur macroscopique mesurée expérimentalement en fonction des proportions de BN et BT. Pour cela nous ajustons E_{LBT} et E_{LBN} tels que la somme des carrés des différences $E_{\text{Lmacro}}^{\text{Théorique}} - E_{\text{Lmacro}}^{\text{Expérimental}}$ soit minimisée.

$$\Sigma (E_{\text{Lmacro}}^{\text{Théorique}} - E_{\text{Lmacro}}^{\text{Expérimental}})^2 = \min. \quad (41)$$

Ayant vu que le bois normal pouvait avoir des comportements assez différents suivant sa DRLM, nous ne considérons que les éprouvettes où existe le mélange BN BT.

A l'état saturé on obtient :

$$E_{\text{LBN}} = 14520 \text{ MPa et } E_{\text{LBT}} = 21590 \text{ MPa}$$

A l'état sec on obtient :

$$E_{\text{LBN}} = 15140 \text{ MPa et } E_{\text{LBT}} = 31294 \text{ MPa}$$

On retrouve le grand écart de rigidité entre les états saturé et sec pour les cellules à couche G qu'on ne trouve pas dans les cellules sans couche G. Ceci confirmerait l'hypothèse d'une rigidification de la couche gélatineuse pendant le séchage.

IV.3.2. Retrait

Nous cherchons à ajuster une valeur de α_{LBT} et une valeur de α_{LBN} telles que pour chaque éprouvette soit retrouvée la valeur macroscopique mesurée expérimentalement en fonction des proportions de BN et BT. De même que pour les modules, nous cherchons à minimiser la somme des carrés des différences entre valeurs expérimentale et théorique.

Si l'on utilise les modules à l'état saturé on obtient :

$$\alpha_{BN} = 0,34 \% \text{ et } \alpha_{BT} = 0,71 \%$$

Et si l'on utilise les modules à l'état sec on obtient :

$$\alpha_{BN} = 0,29 \% \text{ et } \alpha_{BT} = 0,69 \%$$

L'écart des retraits entre les fibres sans et avec couche G est faible. Peut-être peut-on argumenter que les fibres sans couche G situées dans les éprouvettes en comprenant ont des caractéristiques anatomiques quelque peu différentes (couche S_1 plus développée et couche S_2 avec un angle des microfibrilles plus incliné). Ceci expliquerait le retrait axial fort (0,3 %) des fibres sans couche G. Pour le retrait axial des fibres à couche G, on observe qu'il est plus de deux fois plus fort (0,7 %), il faudra donc chercher dans les propriétés de cette couche gélatineuse les raisons de ce fort retrait (chap. 3).

IV.3.3. Point de Saturation des Fibres

Nous cherchons d'après les valeurs des PSF macroscopiques (PSF_{macro}) en fonction de la quantité de fibres à couche G dans l'éprouvette, le point de saturation des fibres d'une plage de fibres de bois normal (PSF_{BN}) et d'une plage de fibres à couche gélatineuse (PSF_{BT}) :

$$PSF_{BN} = M_{eauBN} / M_{0BN}$$

avec M_{eauBN} : masse d'eau dans le BN et M_{0BN} : masse anhydre de BN.

$$PSF_{BT} = M_{eauBT} / M_{0BT}$$

avec M_{eauBT} : masse d'eau dans le BT et M_{0BT} : masse anhydre de BT.

Les proportions x_i des constituants sont données telles que $x_{BN} + x_{BT} + x_{lumen} = 1$

Ainsi en supposant la densité de la matière ligneuse identique dans BN et BT :

$$x_{BN} = M_{0BN} / M_{0macro} \text{ et } x_{BT} = M_{0BT} / M_{0macro}$$

$$M_{eau macro} = M_{eauBN} + M_{eauBT}$$

$$PSF_{macro} = M_{eau macro} / M_{0macro}$$

$$= (PSF_{BN} \cdot M_{0BN} + PSF_{BT} \cdot M_{0BT}) / M_{0macro}$$

$$PSF_{macro} = (PSF_{BN} \cdot x_{BN} + PSF_{BT} \cdot x_{BT}) / x_{BN} + x_{BT}$$

PSF_{BN} et PSF_{BT} sont ajustés pour que dans chaque éprouvette soit retrouvée la valeur macroscopique mesurée expérimentalement en fonction des proportions de BN et BT. Pour cela nous ajustons PSF_{BN} et PSF_{BT} tels que la somme des carrés des différences :

$PSF_{macro}^{Théorique} - PSF_{macro}^{Expérimental}$ soit minimisée.

Nous obtenons dans la direction longitudinale :

$$PSF_{BN} = 26,69\%$$

$$PSF_{BT} = 38,29\%$$

Et dans la direction tangentielle :

$$PSF_{BN} = 37,34\%$$

$$PSF_{BT} = 36,08\%$$

Alors que le PSF reste du même ordre dans la direction tangentielle entre fibres avec et sans couche G, dans la direction axiale, on remarque que le PSF est beaucoup plus fort dans les cellules à fibre G que dans les cellules sans fibre G.

Cette remarque va dans le même sens que les hypothèses formulées aux § IV.1.2 et IV.2.2

V. CONCLUSION

Dans ce chapitre, les outils classiquement utilisés pour la mesure des propriétés de base du bois (DRLM, module, densité, retrait et PSF) ainsi que la mise au point d'une nouvelle technique de mesure des variations dimensionnelles par analyse d'image ont été présentés. Puis nous avons décrit les méthodes utilisées pour l'observation de la microstructure et notamment pour la quantification des fibres à couche gélatineuse présentes dans les éprouvettes.

Les résultats de ces mesures de propriétés sur un échantillonnage de châtaignier ont permis de mettre en évidence certaines relations entre ces propriétés et de formuler quelques hypothèses sur la contribution de la fibre à couche gélatineuse dans le cas du châtaignier.

Nous retiendrons :

- Les contraintes de croissance, dont la DRLM est un bon indicateur, donnent une bonne information sur le type de bois auquel on peut s'attendre.
- La DRLM permet de prédire *a priori* si la zone observée contient du bois de tension (à fibre gélatineuse dans le cas du châtaignier).
- Le châtaignier serait susceptible de produire du bois de compression.
- Le retrait tangentiel augmente avec la DRLM.
- Le retrait longitudinal diminue avec la DRLM en absence de fibres à couche G et augmente avec la DRLM en présence de fibres à couche G.
- Le point de saturation des fibres (PSF) est une valeur dépendante de la direction dans laquelle elle est mesurée
- Le PSF est plus élevé lorsque le bois contient du bois de tension à couche G
- Les cinétiques de séchage en fonction de l'humidité de l'air dépendent du type de bois dans l'éprouvette et notamment de la présence de fibres à couche G.

- En absence de fibres à couche G, le module d'élasticité augmente régulièrement avec la DRLM. La présence de fibres à couche G perturbe cette augmentation en introduisant une forte variabilité dans le cas du bois saturé. Pour le bois sec, la fibre G semble consolider les éprouvettes qui sont alors globalement plus rigides que celles de bois normal.
- En absence de fibres à couche G, les propriétés dans la direction longitudinale semblent être régies par un même phénomène à savoir l'angle des microfibrilles (bien que celui-ci n'ait pas été mesuré).

L'ensemble de ces observations nous a amené à nous poser des questions sur la composition de la couche G et son implication dans la contribution aux propriétés, notamment :

- Quels sont son retrait et sa contribution au retrait longitudinal ?
- Quelles sont sa composition et son organisation, au regard de son hygroscopicité ?
- Quelle est sa rigidité ?
- Quelle est son adhérence dans la cellule en vue de comprendre sa contribution à la rigidité ?
- Y a-t-il des différences importantes dans sa structure entre les états saturé et sec ?

Afin de répondre à ces questions, notre étude s'oriente maintenant vers une observation à des échelles plus fines de la structure. La couche gélatineuse du bois de tension est observée pour étudier son comportement au séchage.

CHAPITRE 3 : ETUDE DU RETRAIT AXIAL DU BOIS DE TENSION A L'ECHELLE PARIETALE

Les résultats présentés dans ce chapitre ont fait l'objet de deux présentations orales (4^{èmes} Journées Scientifiques de la Forêt et du Bois (Clair et Aliotti 2000) ; First International Conference of the European Society for Wood Mechanics (Clair et al. 2001) et d'un article à l'IAWA (Clair et Thibaut 2001).

Comme pour l'ensemble des propriétés du bois, le retrait au séchage est très anisotrope. Entre l'état saturé et l'état anhydre, le retrait est de l'ordre de 0,2 % suivant la direction longitudinale, 3 % à 6 % suivant la direction radiale et 6 % à 12 % suivant la direction tangentielle (Skaar 1988). Ces valeurs semblent montrer que le retrait axial n'est pas un problème pour l'utilisateur. Pourtant, il existe deux cas où le retrait axial est plus important : dans le bois de réaction (bois de compression des gymnospermes et bois de tension des angiospermes tel que nous l'avons observé au chapitre 2) et dans le bois juvénile (Boyd 1974 ; Skaar 1988). Dans ces deux types de bois, le retrait axial peut atteindre 1 % ou plus (Nepveu 1994). Pour ces bois, le retrait ne peut plus être considéré comme négligeable notamment compte tenu du fait que sur une pièce de bois, les grandes longueurs sont généralement prélevées suivant la direction longitudinale. Ces importantes différences de retrait axial peuvent s'expliquer par la structure des fibres ou des trachéïdes.

La connaissance de la structure de la paroi cellulaire du bois considérée comme un multicouche de composites à fibres permet de modéliser le retrait longitudinal.

Un des premiers modèles, qui reste encore la référence, est le modèle de Barber et Meylan (Barber et Meylan 1964) qui fut affiné par Barber (Barber 1968). Ce modèle considère la paroi cellulaire comme réduite à la couche S_2 . La couche S_2 est décrite comme une matrice amorphe hygroscopique dans laquelle sont incluses des microfibrilles cristallines, parallèles les unes aux autres, qui restreignent les déformations de séchage dans leur direction (Cave 1972a). Ainsi, les microfibrilles sont le facteur explicatif majeur pour le retrait longitudinal. Un angle faible des microfibrilles par rapport à la direction axiale (comme c'est le cas dans le bois normal) induit un faible retrait et un angle important permet un retrait important (comme c'est le cas dans le bois juvénile ou le bois de compression). Par la suite, d'autres auteurs ont intégré au modèle de base une description plus fine de la cellule intégrant les propriétés des différents constituants (cellulose, hemicellulose et lignines), les changements de propriétés de la matrice au cours du séchage et les différentes couches de la paroi (Barrett *et al.* 1972 ; Cave 1972b ; Cave 1978 ; Koponen *et al.* 1991 ; Sassus 1998 ; Gril *et al.* 1999 ; Yamamoto 1999a).

Ces modèles permettent une bonne compréhension du retrait axial macroscopique pour différentes valeurs d'angles des microfibrilles pour le bois normal, le bois de compression et le bois juvénile.

Cependant, ils ne peuvent pas expliquer le comportement du bois de tension à couche gélatineuse. En effet, dans la couche gélatineuse, l'angle des microfibrilles est très faible voire nul (Fujita *et al.* 1974 ; Chaffey 2000), alors que le retrait longitudinal est très élevé (Clarke 1937 ; Chow 1946 ; Sassus 1998). Pour comprendre ce phénomène, Norberg et Meier (Norberg et Meier 1966) ont isolé des portions de couche gélatineuse pour y faire des mesures de retrait. Les prélèvements de couche G sont effectués sur des coupes de 20 μm . Ces coupes sont partiellement déshydratées à l'éthanol 96 % pour que le retrait transverse produise le décollement de la couche puis, par vibrations ultrasonores, les couches G sont extraites de la

coupe. Les portions de couche G sont ensuite mesurées sous un microscope optique, dans l'eau et dans l'état sec à l'air. Ils observent qu'il n'y a pas de retrait significatif dans la direction axiale. Observant que la couche S_2 est fortement amincie lorsqu'il y a présence d'une couche G et que l'angle des microfibrilles γ est plus incliné que dans le bois normal, ils attribuent le retrait aux couches S_1 et S_2 . Leur observation sur des coupes anatomiques d'un décollement de la couche G les amènent à conclure que cette dernière ne peut contrecarrer le retrait produit par les couches S_1 et S_2 . Plus tard, Boyd soutient cette hypothèse (Boyd 1977).

Il nous a semblé intéressant de poursuivre les recherches sur le rôle de la fibre à couche G dans le retrait du bois de tension par une observation du comportement au séchage de cette couche par rapport à ses voisines.

I. MATERIEL VEGETAL

Cette étude a été réalisée sur du bois de peuplier (*Populus cv I4551*), de hêtre (*Fagus sylvatica L.*), de châtaignier (*Castanea sativa Mill.*) et de chêne vert (*Quercus ilex L.*). Ces espèces ont été choisies car elles sont connues pour leur bois de tension à couche G. Le hêtre et le peuplier sont également connus pour le fort retrait axial de leur bois de tension. Pour le châtaignier, nous avons vu dans le chapitre 2 que les éprouvettes comprenant beaucoup de fibres à couche G pouvaient aussi avoir jusqu'à 1,3 % de retrait longitudinal.

• Peuplier⁶

Pendant sa période de croissance, un jeune peuplier d'un an a été incliné à 35° par rapport à la verticale. Avant prélèvement, le peuplier a regagné la position verticale par production de bois de tension sur la face supérieure (figure 60).

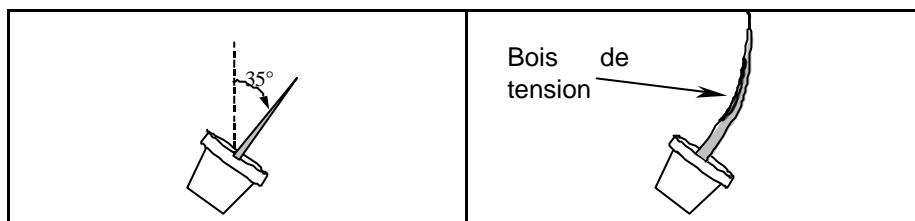


figure 60 : Retour à la verticale d'un peuplier après inclinaison de son container. Formation de bois de tension sur la face supérieure.

Les échantillons de bois prélevés dans la zone tendue sont caractérisés par des cellules à couche G épaisse et à couche S_2 fine (figure 61).

⁶ Le bois de peuplier est issu de l'étude de C. Coutand (Coutand *et al.* 2001) que je remercie pour sa collaboration.

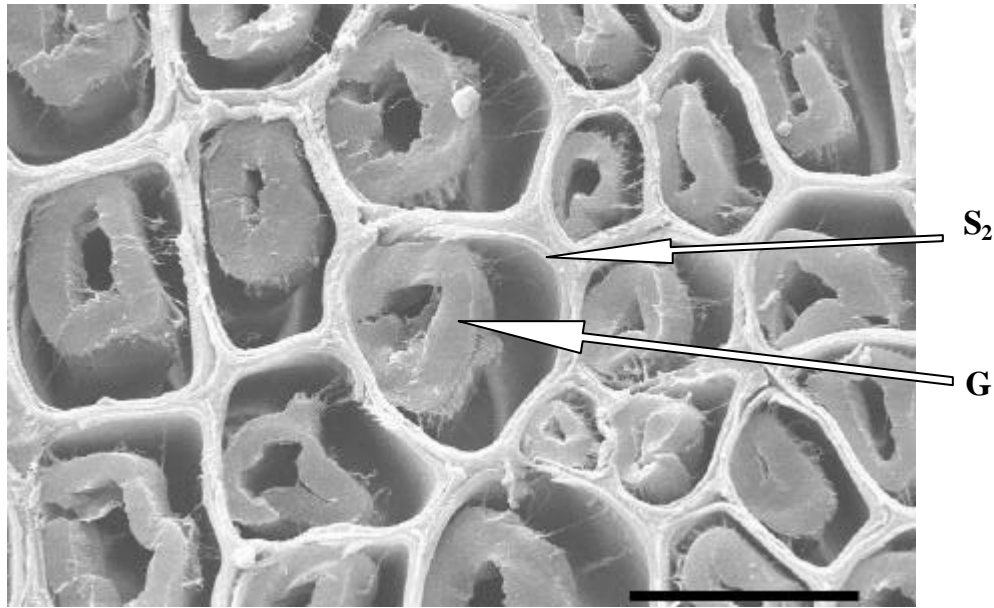


figure 61 : Observation au microscope électronique à balayage d'un échantillon de bois de tension de peuplier (barre d'échelle : 20 μm)

- *Hêtre*

Un arbre de 150 ans a été choisi après mesure en périphérie des contraintes de croissance pour huit positions autour du tronc à 1,30 m. Cet arbre avait une distribution dissymétrique typique de valeurs des DRLM avec une zone de très forte précontrainte de tension (figure 62). Ce haut niveau local de DRLM est un très bon indicateur de la présence de bois de tension (Trénard et Guéneau 1975 ; Sassus *et al.* 1994). Les échantillons ont été prélevés dans la zone à forte valeur de DRLM (Z sur la figure 62).

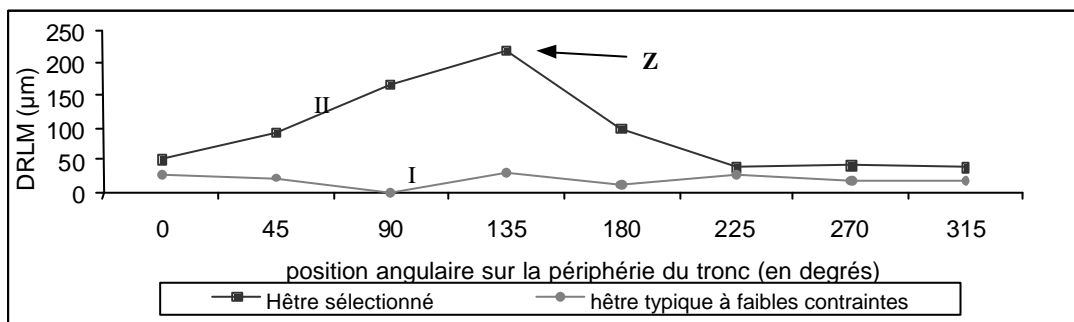


figure 62 : Mesures de contraintes de croissance sur hêtre en forêt, pour 8 positions en périphérie du tronc. I : arbre à faible niveau de contraintes de croissance ; II : arbre avec une zone (Z) à très forte contrainte de tension.

En plus de la couche gélatineuse épaisse, la couche S_2 est, elle aussi, d'épaisseur assez importante (figure 63) contrairement à ce qui avait été observé pour le peuplier.

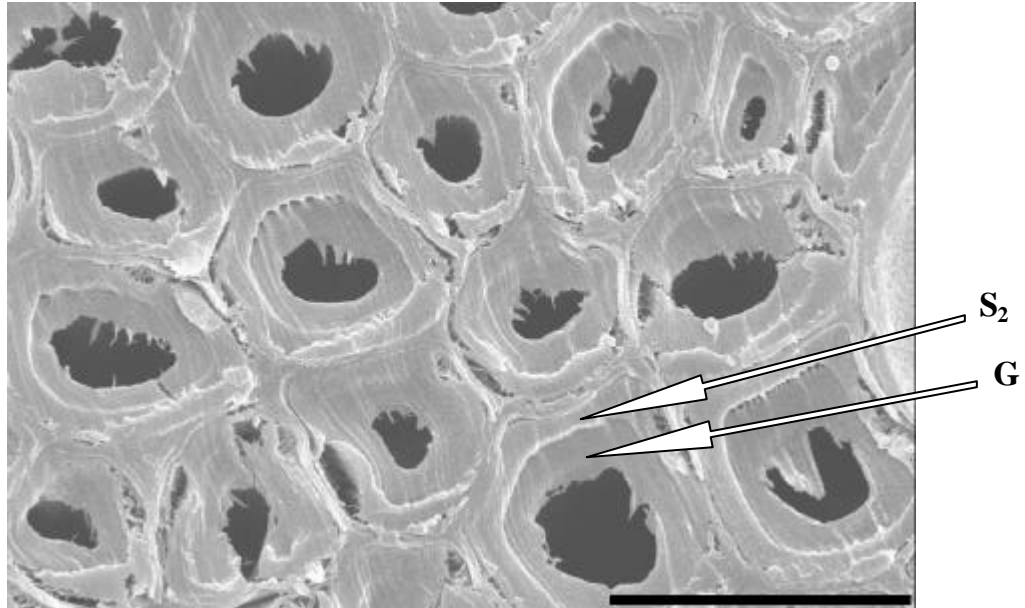


figure 63 : Observation au microscope électronique à balayage d'un échantillon de hêtre (barre d'échelle : 20 μm)

- *Châtaignier*

L'échantillon a été prélevé dans la zone de continuité de l'éprouvette ayant le plus de fibres à couche G dans l'échantillonnage présenté au chapitre 2. Les cellules sont caractérisées par l'absence de lumen comblé par la couche G et une couche S_2 épaisse.

- *Chêne vert*

Le prélèvement a eu lieu dans un arbre de taillis prélevé sur la même parcelle que les châtaigniers présentés au chapitre 2. L'arbre, d'une dizaine de cm de diamètre, était caractérisé par une forte inclinaison. L'échantillon a été prélevé sur la face supérieure, à proximité d'une mesure de DRLM de 180 μm .

II. OBSERVATION PAR MICROSCOPIE ELECTRONIQUE A BALAYAGE

Cette partie du travail a été réalisée avec la participation de Frédéric Allioti qui était alors en stage de Maîtrise de Physiologie Végétale Appliquée en collaboration avec le Service Commun de Microscopie Electronique de l'Université Montpellier II.

II.1. Préparation des échantillons

Les échantillons sont maintenus dans l'eau avant et pendant leur préparation pour l'observation.

II.1.1. Blocs massifs

Les échantillons sont obtenus à partir de bâtonnets de bois (2 cm dans la direction longitudinale, 5 x 5 mm² de section) débités par fendage pour assurer un prélèvement dans la direction des fibres. Ces bâtonnets sont ensuite débités de façon à obtenir des cubes de 5 mm de côté. Enfin, une épaisseur de bois superficielle est ôtée à l'aide d'une lame de rasoir neuve (jetée après une utilisation unique) pour produire une surface nette destinée à l'observation en microscopie électronique (figure 64).

Durant ces étapes, les échantillons sont maintenus dans l'eau pour assurer un débit final à l'état saturé. Seul un échantillon témoin de hêtre a été débité après séchage à l'étuve (103 °C) à titre de comparaison.

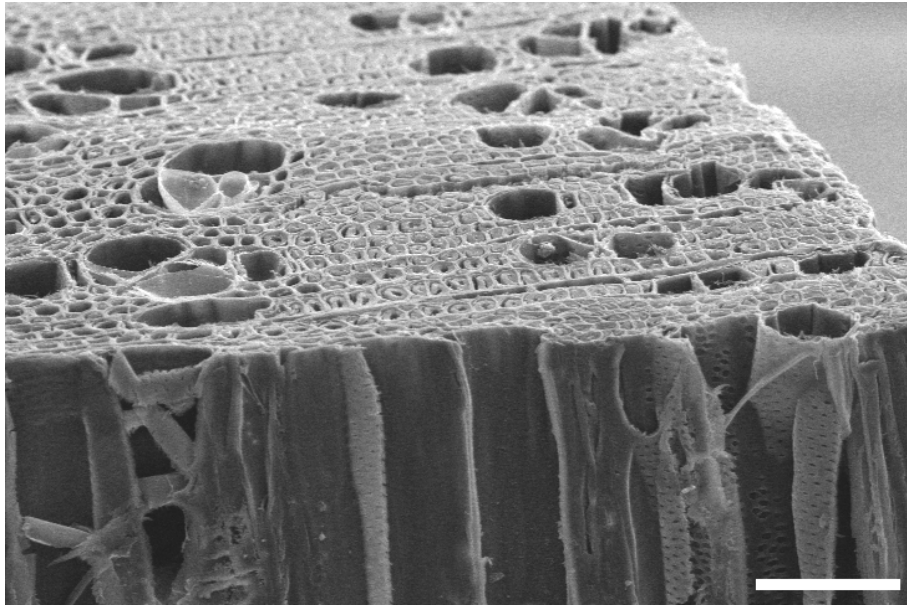


figure 64 : observation au microscope électronique à balayage d'un échantillon massif de peuplier (barre d'échelle : 100 μm)

II.1.2. Coupes minces

Des coupes transversales de 80 μm d'épaisseur sont réalisées sous une goutte d'eau avec un microtome équipé d'une lame jetable neuve. Cette section est collée sur la tranche avec les fibres parallèles au support de manière à pouvoir observer les deux faces de la section (figure 65).

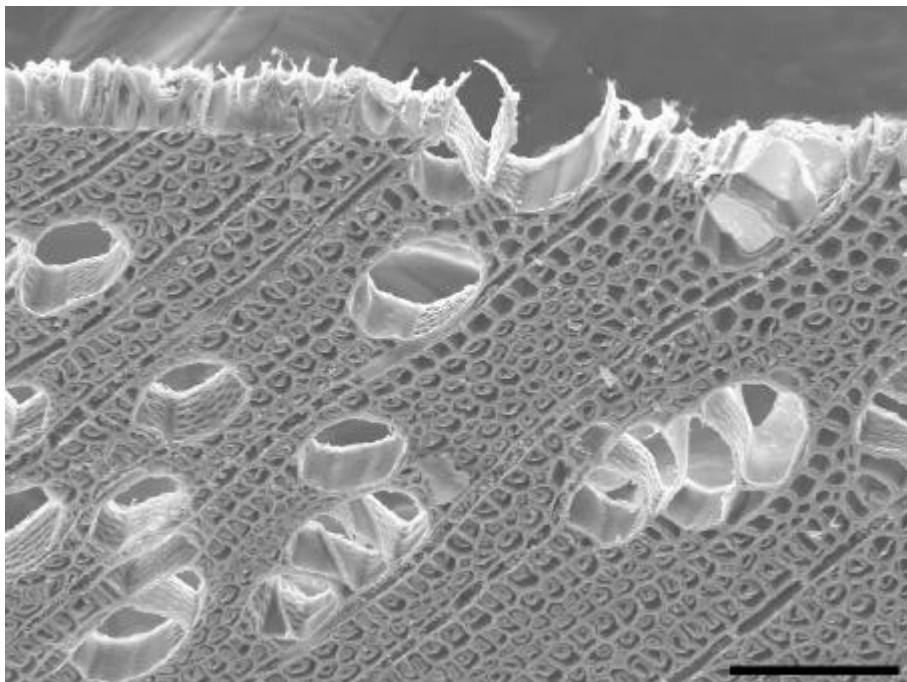


figure 65 : observation au microscope électronique à balayage d'une coupe mince (40 μm) de peuplier (barre d'échelle : 100 μm)

Les échantillons massifs et les sections fines sont ensuite déshydratés dans l'éthanol absolu puis passés au point critique⁷. Le collage des échantillons sur leur support est réalisé au moyen d'un scotch double face. Les échantillons sont ensuite métallisés⁸ avant observation.

II.2. Techniques d'observation, mesures et résultats

Les observations ont été réalisées avec un microscope électronique à balayage (MEB) Cambridge S360.

L'inclinaison du récepteur permet d'obtenir des images d'un même objet sous différents angles d'observation.

II.2.1. Blocs massifs

Sur hêtre et peuplier, les images réalisées en incidence normale (figure 61 et figure 63) ne permettent pas l'observation des différences de retrait axial entre les couches de la paroi cellulaire. En revanche, elles mettent en évidence chez le peuplier le fort retrait transverse de la couche gélatineuse. Le retrait transverse dans la couche G semble beaucoup plus fort que dans la couche S₂, au point de produire son décollement.

L'observation de la surface transverse sous une incidence de 70° par rapport à la normale permet de voir sur les échantillons découpés à l'état saturé une déformation plus importante de la couche G par rapport aux autres couches (figure 66). Sur l'échantillon témoin découpé après déshydratation à l'étuve ce différentiel de retrait n'est pas visible (figure 67). Ceci montre que le différentiel de déformation observé trouve son origine durant la déshydratation.

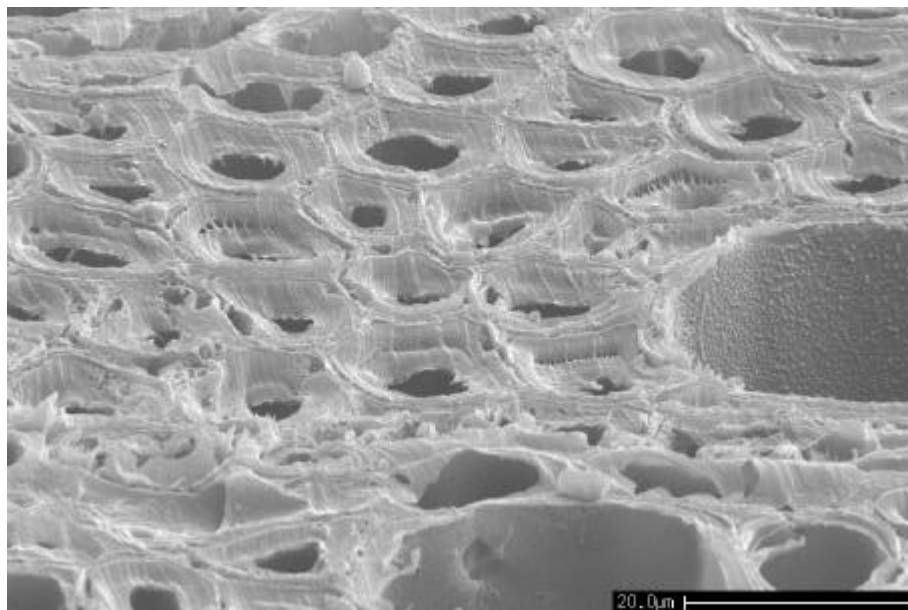


figure 66 : observation au microscope électronique à balayage d'un échantillon massif de hêtre dont l'état de surface a été réalisé avant déshydratation (barre d'échelle : 20 μm).

⁷ Méthode de déshydratation en milieu liquide par substitution de l'éthanol par du CO₂ liquide.

⁸ Une fine couche de platine (300 Å) est déposée sur la surface de l'échantillon. Cette couche conductrice permet d'éviter l'accumulation de charges électriques dans l'échantillon.

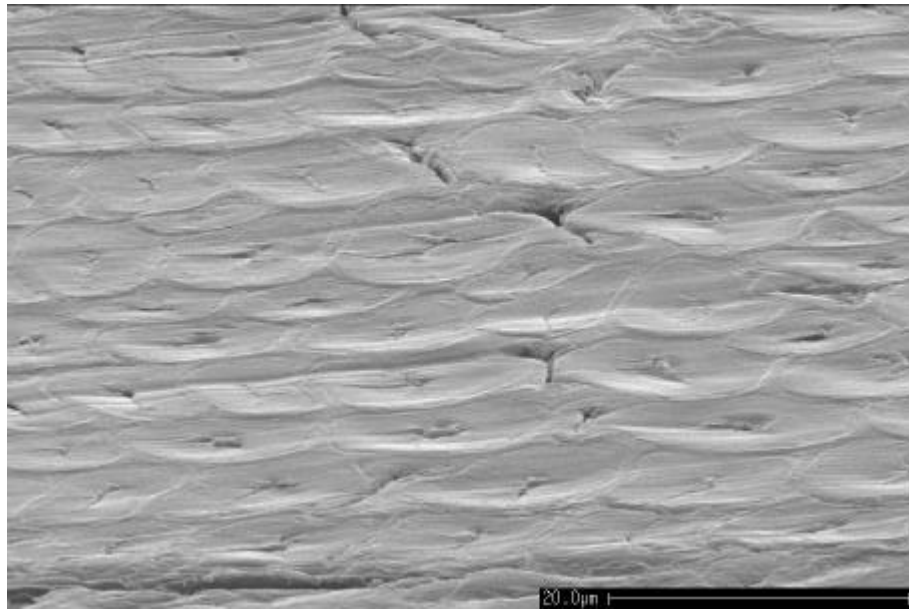


figure 67 : observation au microscope électronique à balayage d'un échantillon massif de hêtre dont l'état de surface a été réalisé après déshydratation (barre d'échelle : 20 µm).

Ces deux types de préparation permettent aussi de faire une remarque à propos du décollement de la couche G. Ce décollement semble beaucoup moins présent lorsque l'état de surface a été réalisé après déshydratation. Ceci permet de penser que la propagation de fissures entre les couches S_2 et G est liée à un effet de bord et qu'il n'est que peu ou pas présent loin des bords de l'échantillon. Ceci est d'autant plus visible sur les observations normales (figure 68).

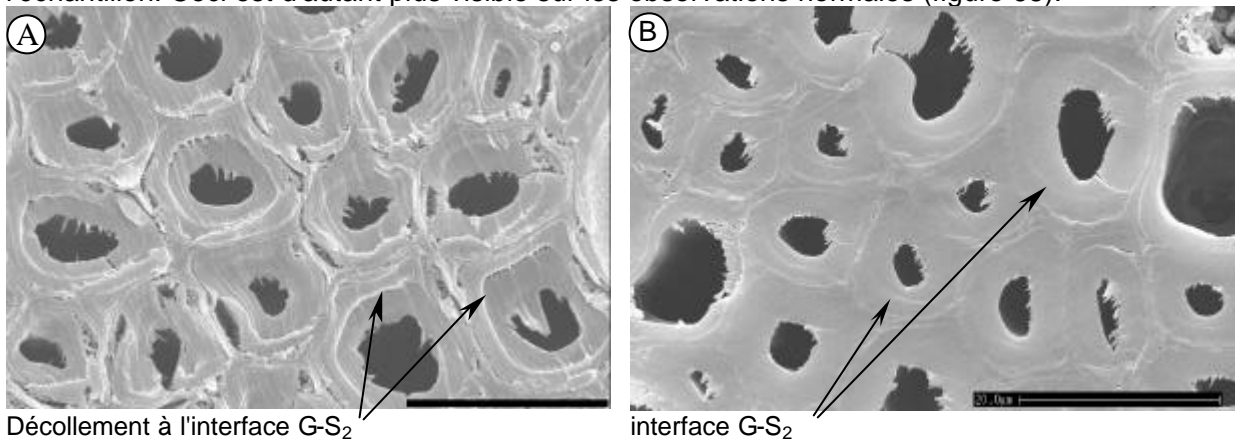


figure 68 : observations au microscope électronique à balayage d'échantillons massifs jumeaux de hêtre dont l'état de surface a été réalisé avant (A) et après (B) déshydratation (barre d'échelle : 20 µm).

Afin de quantifier les différentiels de déformation entre les couches, une observation plus fine est réalisée. Pour le hêtre et le peuplier, une même cellule est observée pour deux angles de vue (figure 69 et figure 70).

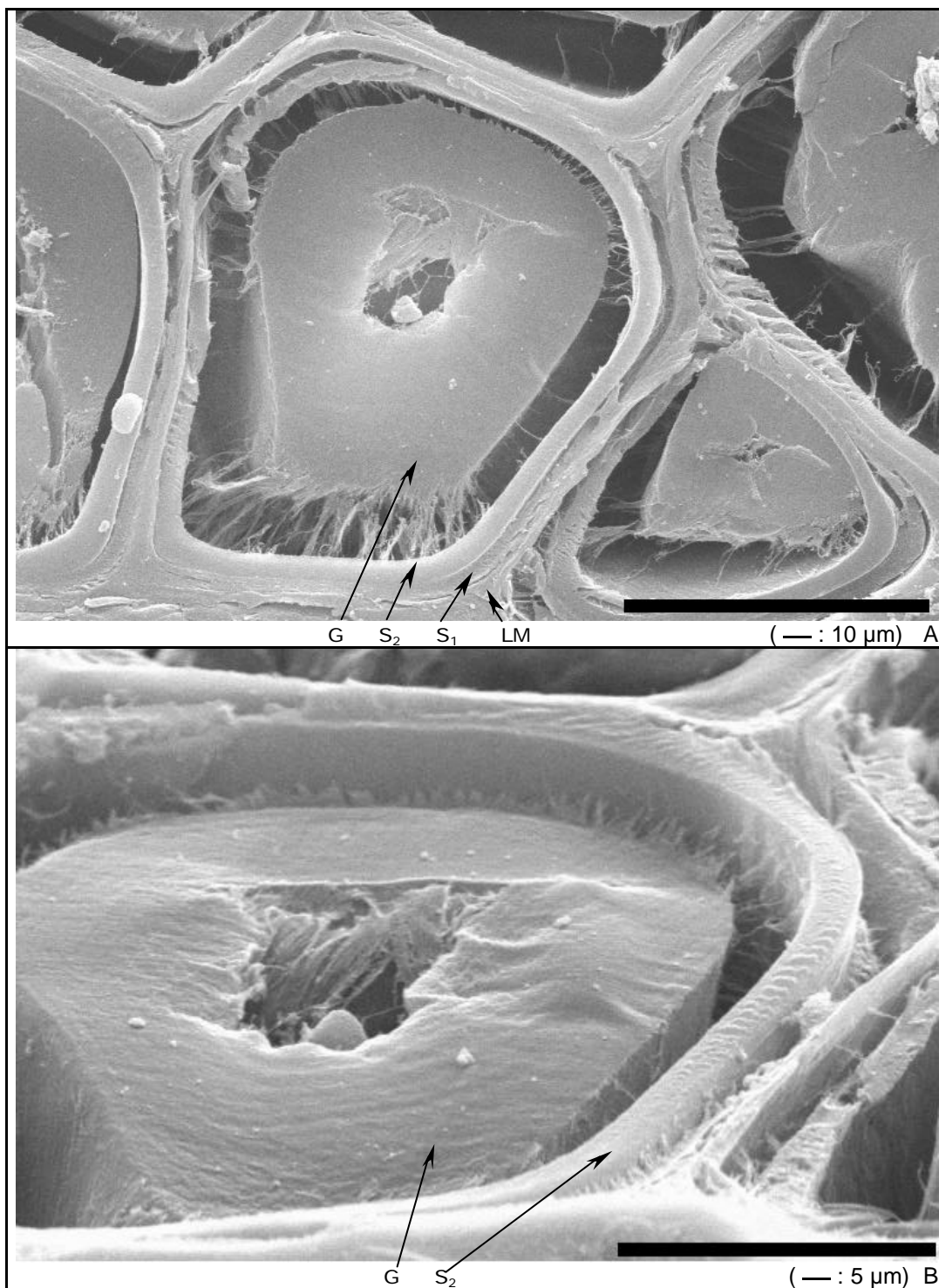


figure 69 : observation en microscopie électronique en balayage d'une même cellule de peuplier pour deux angles d'observation : normal à la surface (A) et 70° par rapport à la normale (B).

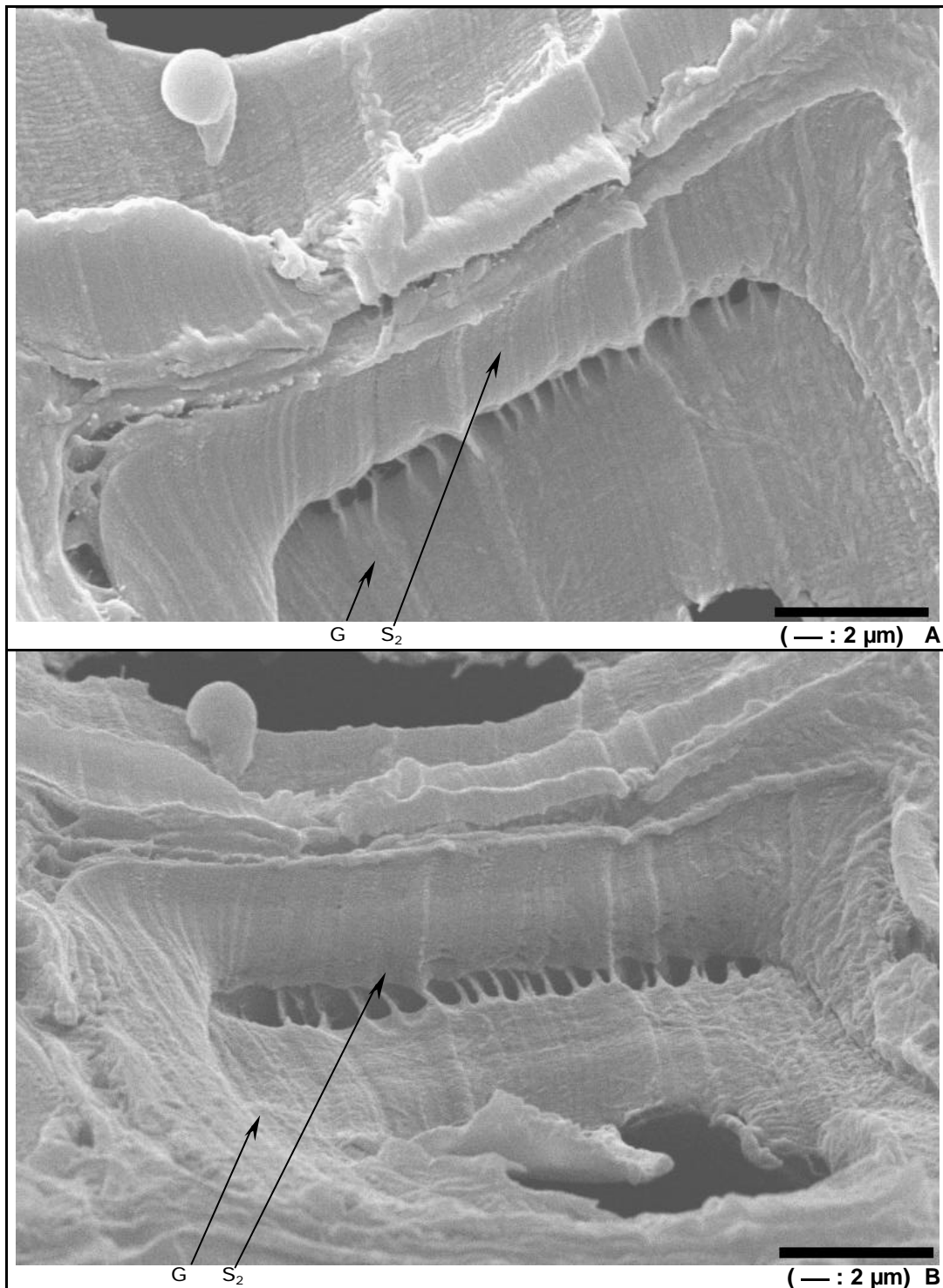


figure 70 : observation en microscopie électronique en balayage d'une même cellule de hêtre pour deux angles d'observation : normal à la surface (A) et 70° par rapport à la normale (B).

Ces images montrent clairement le fort retrait axial de la couche gélatineuse par rapport aux autres couches de la paroi secondaire. Ce différentiel de retrait est si important qu'il produit un décollement de la couche G. On peut aussi observer dans le cas du hêtre, un retrait important de la couche S₂ qui semble maintenue par l'extérieur en contact avec la couche S₁ puis la couche P. Deux hypothèses peuvent être formulées dans ce cas :

- Il existe un gradient de retrait dans la couche S₂, le retrait interne étant supérieur au retrait en périphérie. Le même type de remarque pouvant être fait pour la couche G.

- Dans une première phase du séchage, le retrait important de la couche G alors qu'il existe encore une forte adhérence entre S_2 et G, crée des déformations irréversibles de la couche S_2 . Puis dans une seconde phase, le retrait de la couche G continue à s'exprimer alors que le séchage a fragilisé la liaison S_2 -G jusqu'à rupture.

Cette seconde hypothèse pourrait s'appliquer au cas du peuplier.

Ces observations d'un retrait important de la couche G vont à l'encontre des résultats de Norberg et Meier (Norberg et Meier 1966). Ainsi, le retrait de la couche G, loin d'être négligeable, pourrait être le moteur du fort retrait macroscopique observé dans le bois de tension.

En observant une même cellule sous deux angles de vue, on peut reconstruire un profil topographique si l'on retrouve des points sur les deux images (trait de lame de rasoir, protubérance...). La coordonnée x est donnée directement par l'image normale au plan et la coordonnée y peut être calculée en utilisant les deux images avec l'équation :

$$y = \frac{D}{\sin \alpha} - \frac{d}{\tan \alpha} \text{ avec } \alpha = 70^\circ \quad (42)$$

d est la distance mesurée sur l'image normale et D la distance mesurée sur l'image à 70° (figure 71).

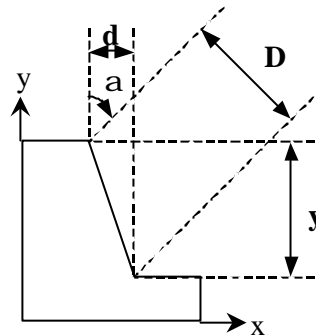


figure 71 : schéma de principe pour le calcul de profils topographiques.

On obtient ainsi les profils présentés figure 72.

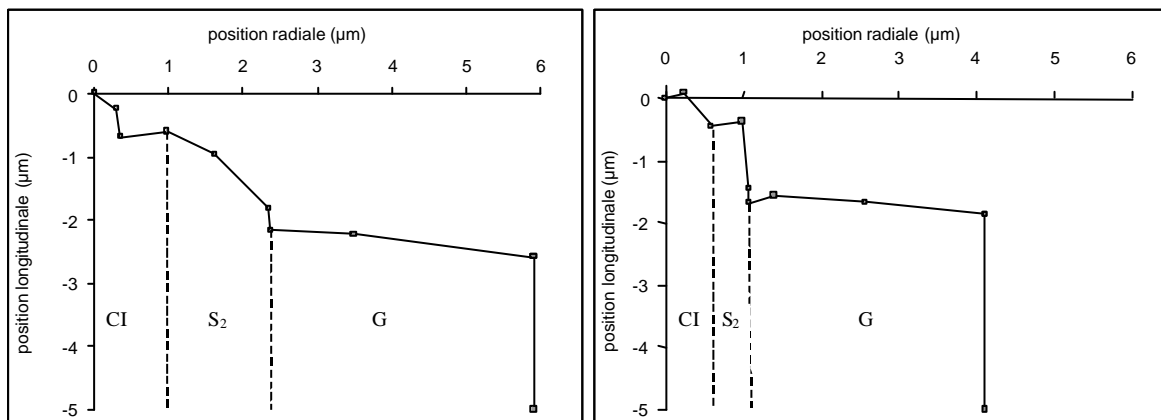


figure 72 : profils topographiques pour le hêtre (A) et le peuplier (B) (CI = couche intercellulaire comprenant LM, P et S_1).

Ces profils permettent une bonne estimation des différences de retrait entre les couches. Notamment nous voyons que la couche G a un retrait beaucoup plus important que les autres couches (en moyenne $2,2 \mu\text{m}$ pour la cellule de hêtre et $2,8 \mu\text{m}$ pour la cellule de peuplier).

Ces observations sur blocs massifs révèlent un différentiel de déplacement (mesuré en μm), mais ne permettent pas de quantifier la déformation longitudinale (mesurée en %) de chacune des couches.

II.2.2. Coupes minces

L'observation de sections fines permet de voir pour une même cellule, le différentiel de déplacement au séchage sur une face et sur la face opposée. Une épaisseur de 80 μm pour les sections permet de minimiser le risque de ne pas être dans une même cellule de part et d'autre puisque cette dimension est petite devant la longueur de la fibre ($\sim 500 \mu\text{m}$).

Plusieurs cellules ont été observées après séchage (figure 73). Par une acquisition de nombreuses images à différentes échelles et sous différents angles de vue, il est possible de faire la correspondance entre les deux faces par rapport à des points de repère sur la tranche (par exemple la cellule montrée par une flèche sur la figure 73). Une mesure des différentiels de déplacement est alors possible sur les observations à fort grossissement (figure 73 F). Les mesures sont réalisées sur le logiciel Optimas après une calibration spatiale réalisée d'après la barre d'échelle. La mesure de l'épaisseur de la coupe est affinée par une mesure sur une observation perpendiculaire à la tranche.

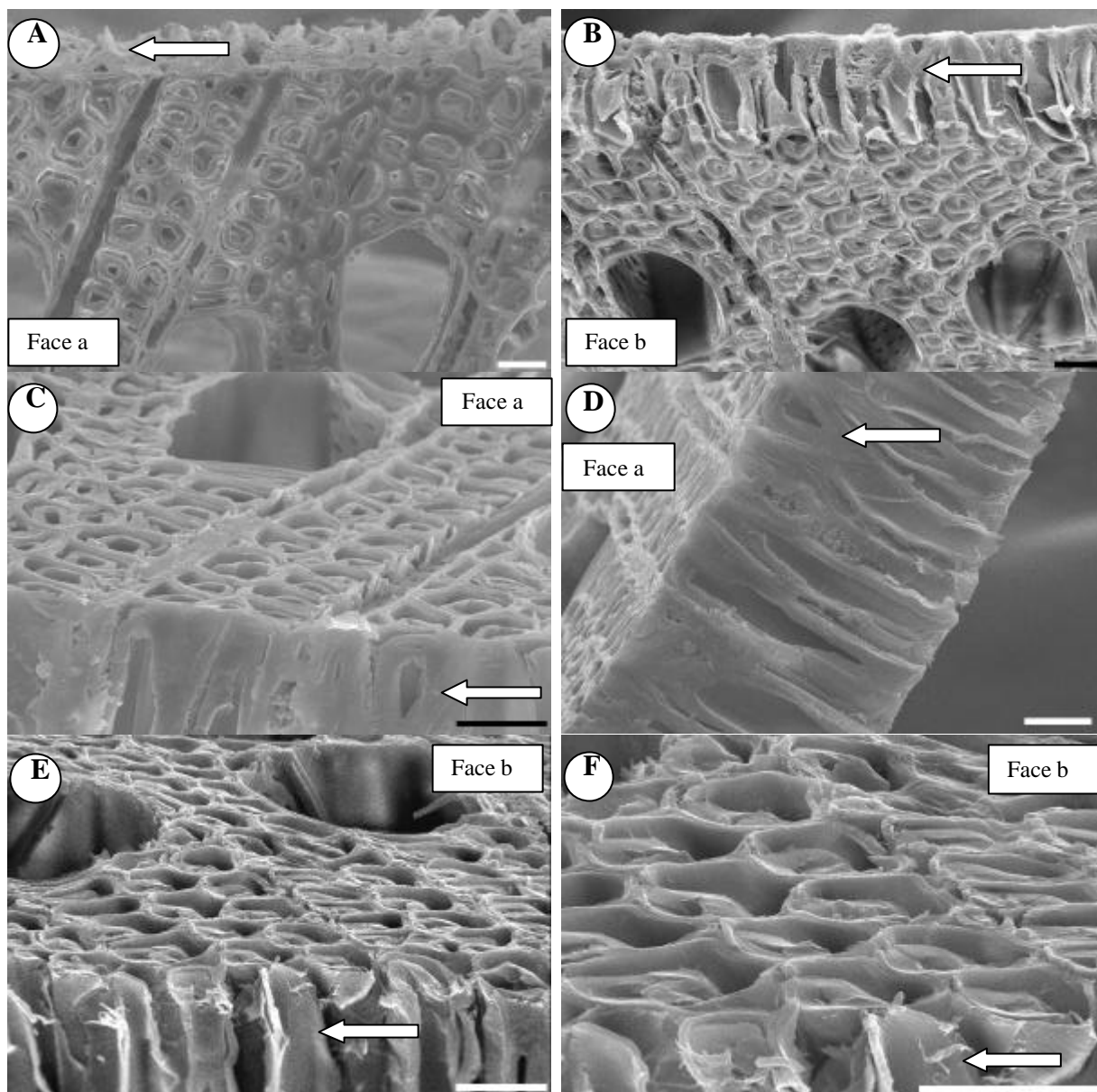


figure 73 : observations au microscope électronique à balayage des deux faces d'une coupe mince de peuplier. Certaines cellules sur la tranche (flèche) permettent d'identifier toutes les autres. Les mesures sont réalisées sur des images telles que la F (barre d'échelle = 20 μm)

Les mesures des différentiels de déplacement pour chacune des faces sont données pour 14 cellules (figure 75). Le différentiel de déplacement entre la couche G et la couche intercellulaire est en moyenne de $1,99 \mu\text{m}$ pour une face (ΔL_{G1} sur la figure 74), $1,83 \mu\text{m}$ pour l'autre face (ΔL_{G2}) et de $3,82 \mu\text{m}$ pour la somme des faces (ΔL_G).

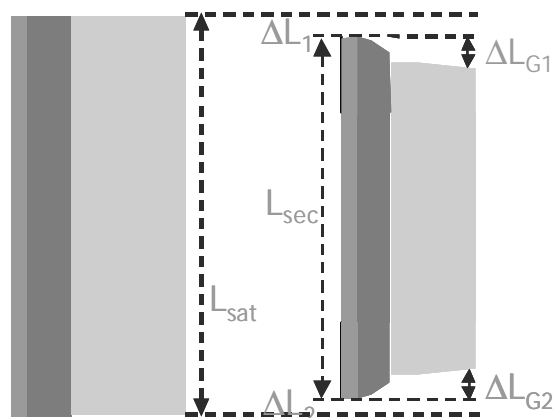


figure 74 : schéma explicatif des différentiels de retraits mesurés. A gauche, l'échantillon saturé (tel qu'il n'a pas pu être observé) et à droite l'échantillon sec.

Ces différentiels de déplacement aux extrémités permettent de donner un différentiel de déformation (retrait) exprimé en pourcentage de la longueur de la section de fibre en divisant la somme des mesures des deux faces pour une cellule par la longueur de la section de cellule ($L_{\text{sec}} = 80 \mu\text{m}$). On obtient ainsi un retrait différentiel de 3,6 % à 5,8 % avec une valeur moyenne de 4,7 % (figure 75).

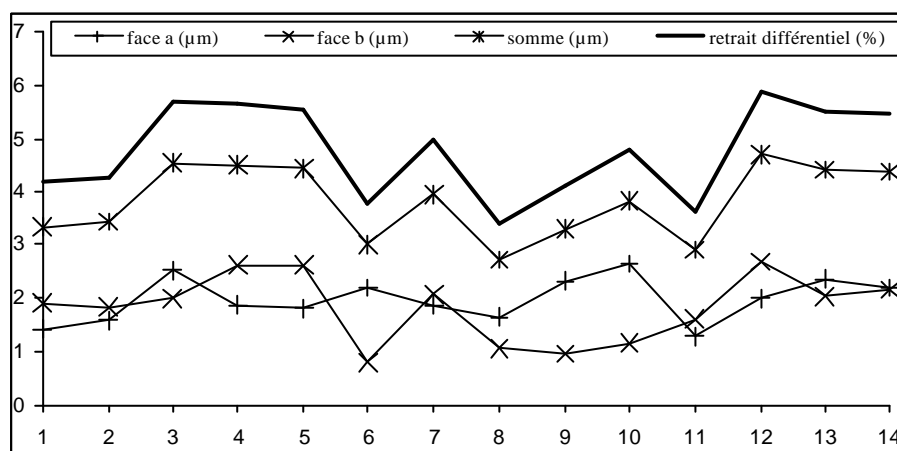


figure 75 : différentiel de retrait de la couche G par rapport à la couche intercellulaire pour 14 cellules.

Connaissant précisément la longueur de la section de fibre observée, et en supposant le retrait des parties les moins "enfoncées" (couche intercellulaire ou S_2) de l'ordre du retrait macroscopique, on peut, après mesure du différentiel de retrait de part et d'autre de la section, estimer le retrait total de la couche G.

Le retrait macroscopique n'a pas pu être mesuré sur les coupes minces car les observations ne sont réalisées qu'à l'état anhydre. Les dimensions à l'état saturé ne sont donc pas connues et il n'est pas possible de se fier à l'épaisseur annoncée par le microtome puisque l'erreur sur la mesure peut être de quelques microns sur une coupe de $80 \mu\text{m}$. Nous devons donc formuler des hypothèses du retrait macroscopique pour déterminer l'épaisseur initiale et ainsi le retrait "réel" de la couche G d'après le calcul suivant :

Le différentielle de retrait moyen mesuré pour la somme des faces $\Delta L_G = 3,82 \mu\text{m}$

ainsi à l'état sec : longueur couche G = 76,18 μm

longueur autres couches = 80 μm

si on fait l'hypothèse d'un retrait macroscopique de 1,2 %, à l'état saturé, on appelle x la longueur autres couches tel que : $x(1 - 1,2\%) = 80 \mu\text{m}$ soit $x = 80,97 \mu\text{m}$

Si on suppose qu'à l'état saturé, la couche G a les mêmes dimensions que les autres couches (figure 74).

ainsi, si : longueur couche G (sec) = 76,18 μm

et longueur couche G (saturé) = 80,97 μm

alors le retrait de la couche G est de 5,92 %

Les conséquences sur le retrait de la couche G de plusieurs hypothèses de retraits macroscopiques sont présentées sur la figure 76.

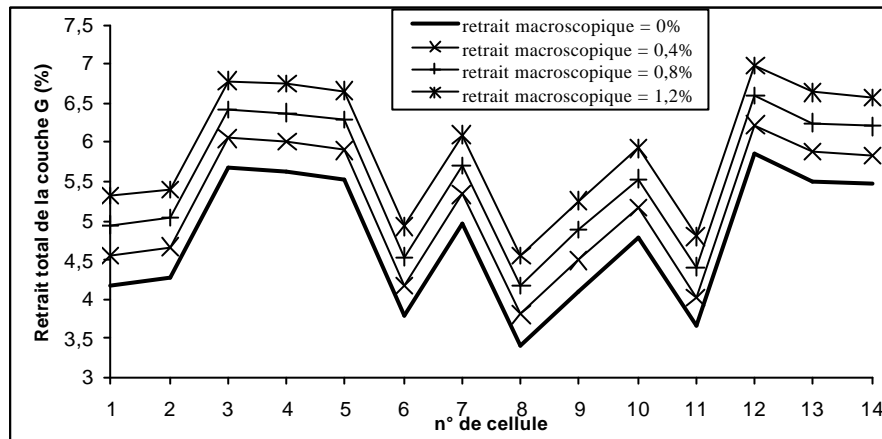


figure 76 : retrait total de la couche G mesuré pour 14 cellules pour 4 hypothèses de retrait macroscopique.

Les observations de forts retraits macroscopiques sur les bois à fibres G permettent de penser que les hypothèses de retrait de 0,8 % à 1,2 % sont réalistes. Le retrait moyen de la couche G y serait respectivement de 5,53 % et 5,90 %.

II.3. Conclusions

Les observations en microscopie électronique à balayage ont mis en évidence un différentiel de retrait entre les couches lié au séchage. Des hypothèses ont pu être formulées sur l'adhérence de la couche G à la couche S_2 . Dans le cas d'une forte adhérence, au moins dans les premières phases du séchage, la couche S_2 , suffisamment épaisse sur le hêtre, semble être "entraînée" par la couche G. Celle-ci pourrait donc être le moteur du fort retrait longitudinal macroscopique du bois de tension.

Par l'observation de sections fines nous avons pu donner des ordres de grandeur du retrait dans la couche G.

En revanche, l'observation au microscope électronique à balayage ne permet pas de connaître l'état de surface à l'état saturé juste après la coupe ni de voir l'évolution du retrait en fonction de l'humidité. L'utilisation d'un microscope électronique environnemental pourrait en partie résoudre ces problèmes.

III. OBSERVATION PAR MICROSCOPIE A FORCE ATOMIQUE

Cette partie du travail a été réalisée en collaboration avec Michel Ramonda du Service Commun de Microscopie en Champ Proche de l'Université Montpellier II.

III.1. Préparation des échantillons

La préparation des échantillons est très similaire à celle des blocs massifs utilisés pour l'observation au MEB, seule leur taille est réduite (cube d'environ 500 μm de côté). La principale difficulté réside dans le collage de l'échantillon sur le support (lame de verre).

Le collage doit être rigide (ce qui exclut l'utilisation de scotch double face) et doit être réalisé sur l'échantillon à l'état saturé. Divers essais ont conduit à l'utilisation de cyanoacrylate (Super Glue[®] 3) sous la forme gel.

L'ensemble de la préparation est réalisé sous une binoculaire.

- Un échantillon cubique d'un peu moins d'un mm^3 est débité sous une goutte d'eau.
- Un point de colle ($\sim 0,1 \text{ mm}^3$) est déposé sur la lame de verre sèche avec la pointe d'une pince
- Le point de colle est étalé avec la pince pour couvrir environ 1 mm^2 sur une dizaine de microns d'épaisseur
- L'échantillon est retiré de la goutte d'eau, puis libéré de son eau de surface sur un papier absorbant
- L'échantillon est observé sous la binoculaire en attendant l'instant où les vaisseaux se sont vidés de leur eau
- Une fois les vaisseaux vides et avant que commence le séchage (l'échantillon doit garder son aspect translucide), l'échantillon est positionné sur le dépôt de colle et maintenu quelques secondes avec une légère pression.
- Pour maintenir l'échantillon humide durant la prise définitive de la colle, une petite goutte d'eau (diamètre $\sim 500 \mu\text{m}$) est déposée sur la face supérieure de l'échantillon. Cette goutte doit rester "non mouillante", elle maintient une humidité saturée à la surface de l'échantillon et bouche les lumens de manière à éviter le séchage.
- Au bout d'une minute, une grosse goutte est déposée sur l'échantillon collé.
- Sous l'eau, les quatre faces de l'échantillon sont recoupées pour donner la forme définitive (une forme pas trop régulière permettra un repérage plus facile sur l'échantillon)
- Un état de surface final est donné à la face supérieure avec une lame jetable de microtome neuve, en veillant à être bien parallèle à la surface de la lame de verre.
- L'échantillon (mesurant maintenant environ 500 μm) de côté est ensuite rincé à l'eau distillée pour faire partir les éventuels résidus de coupe. Le rinçage effectué à la pissette avec une certaine pression permet aussi de chasser des bulles d'air maintenues prisonnières des vaisseaux en surface. C'est aussi un excellent test de l'efficacité du collage.

III.2. Techniques d'observation et de mesure

Les observations et mesures ont été réalisées sur un Microscope à Force Atomique (AFM) Nanoscope IIIa Dimension 3100 de Digital Instruments.

III.2.1. Principe de fonctionnement

Le principe de fonctionnement de la microscopie à force atomique en mode contact est présenté sur la figure 77 : une pointe en silicium cristallin (longueur 5 μm , rayon de courbure 40 nm) solidaire d'un levier (longueur 100 μm) est mise au contact de l'échantillon. On effectue alors un balayage de la surface dans le plan (X, Y) à l'aide d'une céramique piézo-électrique. Les déflexions du levier sont mesurées par la différence d'éclairement entre les deux photodiodes A et B.

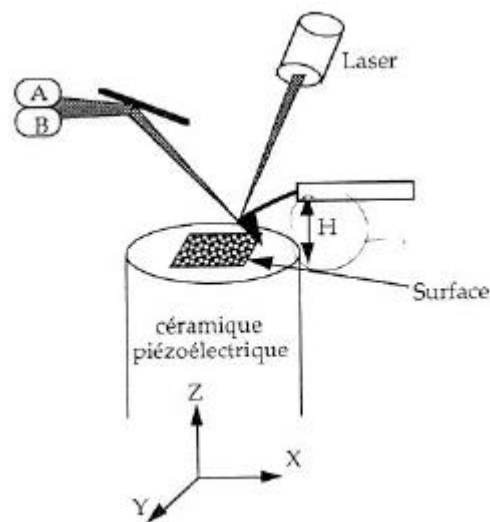


figure 77 : schéma de principe d'un microscope à force atomique

En travaillant à déflexion constante, une boucle d'asservissement relie la tension $V_A - V_B$ à la tension de la céramique piézo-électrique afin de modifier la distance H entre le levier et l'échantillon, de manière à conserver la déflexion du levier constante. Ainsi, dans ce mode, une image de topographie correspond à un enregistrement $H(X, Y)$.

III.2.2. Conditions expérimentales

Les images de topographie sont réalisées en mode "tapping" (contact intermittent) dans l'eau ou à l'air. Dans l'eau nous utilisons des leviers triangulaires de faible raideur ($k \sim 0,5 \text{N/m}$), dans l'air des leviers en forme de poutre de raideur plus élevée ($k \sim 40 \text{N/m}$).

Cinq états ont été étudiés :

- saturé dans l'eau, pour observer l'état de surface après la coupe.
- saturé dans l'eau après passage de 2 heures dans de l'eau à 80° , pour regarder l'influence sur la topographie de la relaxation thermoactivée des contraintes.
- sec à l'air, pour observer le différentiel de retrait au séchage des différentes couches.
- re-saturé dans l'eau après séchage, pour confirmer ou infirmer l'hypothèse d'un gonflement de la couche G.
- re-séché à l'air pour statuer sur la réversibilité des phénomènes observés.

Les acquisitions sont faites sur des zones de $50 \times 50 \mu\text{m}^2$ pour l'observation d'une dizaine de cellules. Les mêmes cellules sont retrouvées pour les différents états.

Une difficulté expérimentale est liée à la topographie de surface qui doit être la plus régulière possible. Le piézoélectrique pour le déplacement suivant z ayant une course de 6 μm , la surface doit être parfaitement horizontale. De plus, la zone observée doit comporter un minimum de trous (larges lumens ou rayons sectionnés). En effet, notamment dans l'eau, la

pointe a tendance à tomber dans les trous en provoquant une très forte déflexion du levier qui peut l'endommager. A la sortie du trou, il peut aussi y avoir un endommagement de la pointe.

La seconde difficulté est de retrouver les mêmes cellules pour les différents états. Ceci nécessite un bon repérage et beaucoup de patience.

Pour l'observation de la topographie, on réalise un profil le long d'une droite. Ces droites sont tracées de manière à passer au mieux par les points de mesure dans les différents états d'humidité. Par rapport à l'erreur que peut produire le repérage par de tels profils il faut dire que nous nous intéressons plus à des tendances au retrait ou au gonflement que à des valeurs quantitatives.

III.3. Résultats

Sur le peuplier, quatre types d'essai ont été réalisés :

1. saturé puis sec à l'air
2. saturé puis saturé après 2 heures dans l'eau à 80°C puis sec à l'air
3. saturé puis sec à l'air puis re-saturé puis re-séché à l'air
4. saturé puis saturé après 2 heures dans l'eau à 80°C puis sec à l'air puis re-saturé (figure 78).

Sur le châtaignier et le chêne, un seul type d'essai a été réalisé : saturé puis sec à l'air puis re-saturé (figure 79 et figure 80).

On notera sur la zone observée sur le chêne la présence d'une fibre sans couche gélatineuse.

Les profils réalisés d'après les images dans l'eau avant séchage (figure 78A, figure 79A et figure 80A) montrent qu'il existe déjà un premier retrait de la fibre G avant le séchage.

Les profils réalisés d'après les observations dans l'eau après passage de l'échantillon dans l'eau à 80°C pendant 2 heures (figure 78B) montrent un très faible retrait supplémentaire.

Les profils réalisés après séchage de l'échantillon (figure 78C, figure 79B et figure 80B) confirment la présence d'un retrait plus important dans la couche G que dans les autres couches. Ceci est notamment très visible chez le chêne puisque sur la même image, sont observées des cellules à couche G et une cellule sans couche G à large couche S₂.

Les profils réalisés après ré-humidification dans l'eau (figure 78D, figure 79C et figure 80C) montrent globalement un très net regonflement de la couche G chez le peuplier et le châtaignier. Chez le chêne, il semble difficile de conclure. Ce regonflement ne permet généralement pas de retrouver l'état d'origine.

Le profil réalisé après second séchage (non présenté) montre la bonne réversibilité du phénomène.

Notons qu'il n'est pas possible de comparer le différentiel de déplacement entre les trois espèces présentées. En effet, une comparaison nécessiterait une exacte reproductibilité d'épaisseur pour les échantillons et une humidité contrôlée. Or la notion de sec à l'air est très relative...suivant les jours et les vents, l'humidité du bois peut descendre à 10 % et monter à 14 %. L'humidité de la pièce était contrôlée par une climatisation mais nous ne disposons pas de mesure de l'humidité de l'air pour chaque série d'observations.

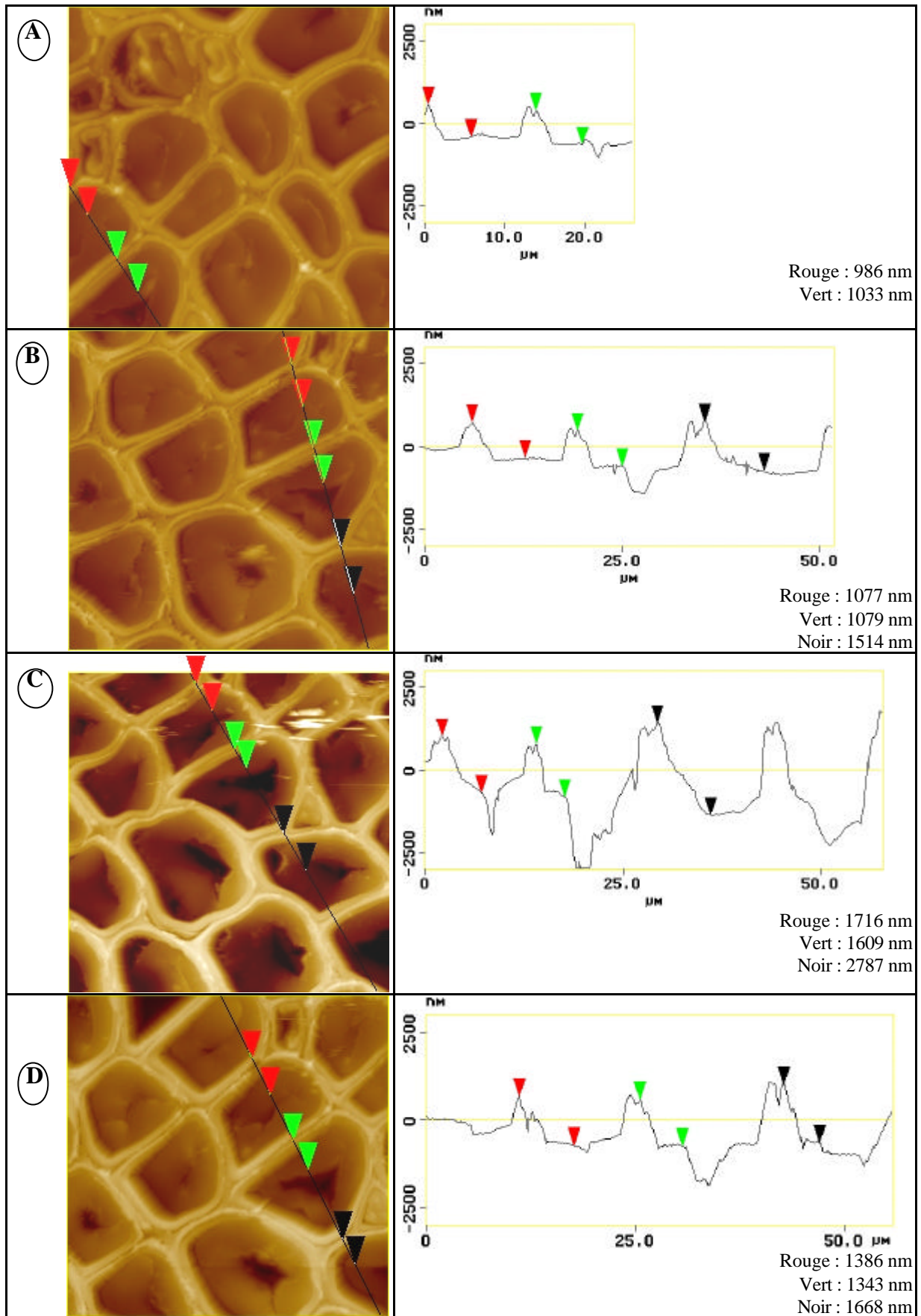


figure 78: mesures sur profils topographiques par AFM de trois mêmes cellules de peuplier dans l'eau (A), dans l'eau après 2 heures à 80°C (B), sec à l'air (C), dans l'eau après séchage (D). Distance verticale entre les couches S₂ et G pour trois cellules (curseurs rouge, vert et noir).

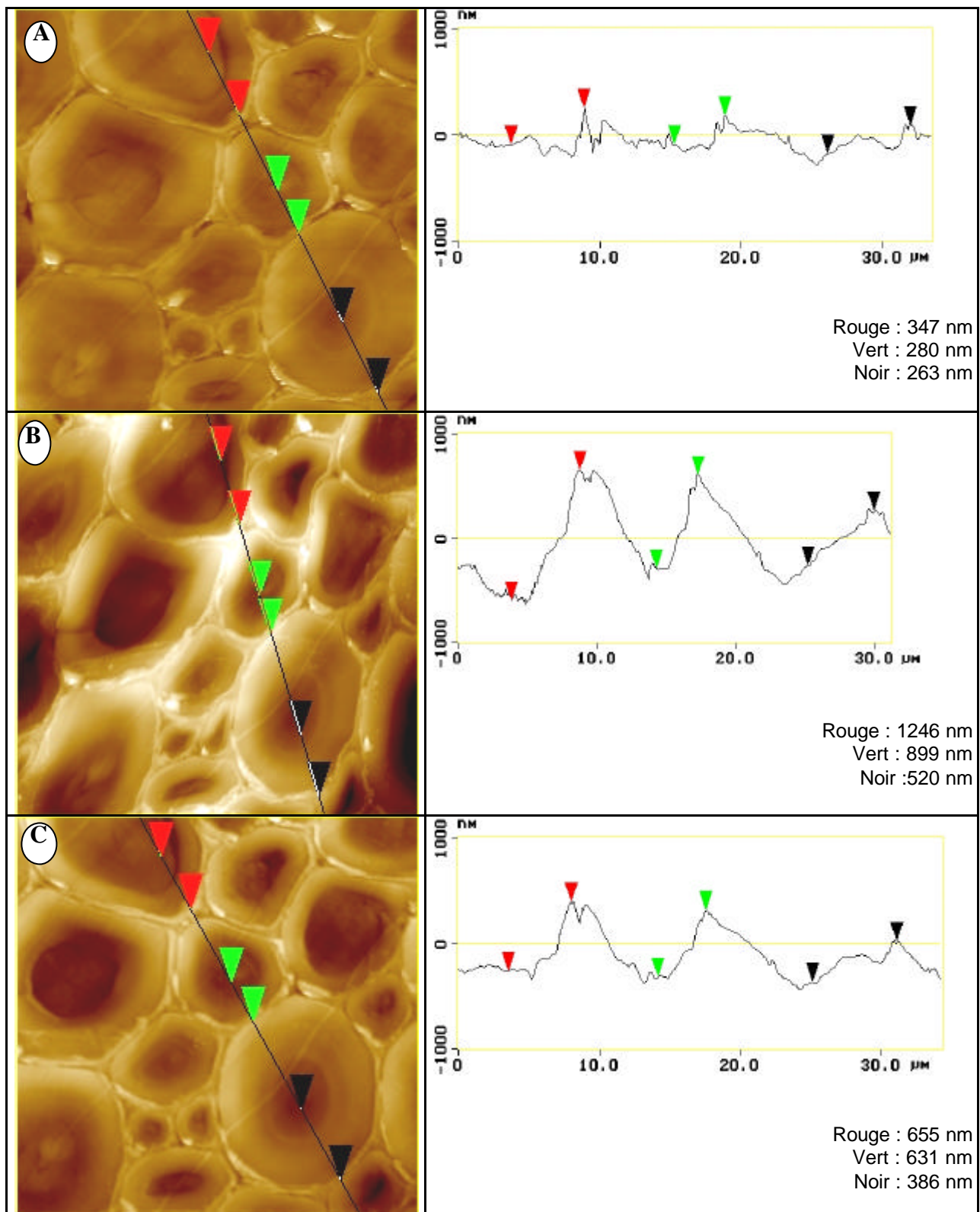


figure 79: mesures sur profils topographiques par AFM de trois mêmes cellules de châtaignier dans l'eau (A), sec à l'air (B), dans l'eau après séchage (C). Distance verticale entre les couches S_2 et G pour trois cellules (curseurs rouges, verts et noirs).

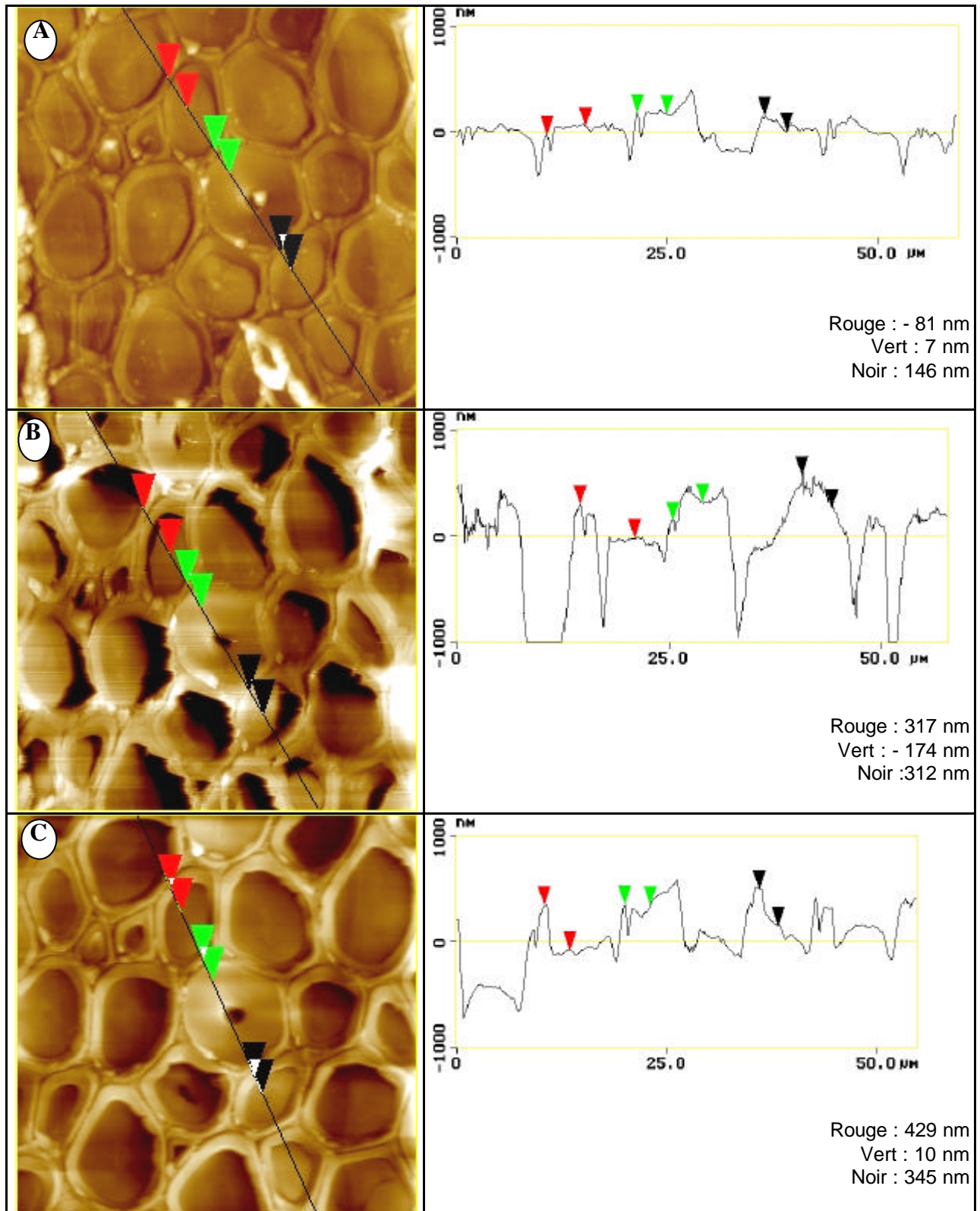


figure 80: mesures sur profils topographiques par AFM de trois mêmes cellules de chêne dans l'eau (A), sec à l'air (B), dans l'eau après séchage (C). Distance verticale entre les couches S₂ et G pour deux cellules (curseurs rouges et noirs) et entre les couches S₂ de 2 cellules adjacentes (curseurs verts).

III.4. Discussion

Le premier retrait observé dans l'eau pose question. Il pourrait être expliqué par un artefact de coupe : durant la coupe, la lame exerce une force de compression sur le matériau. Ainsi, les parties complaisantes (tels que la lamelle mitoyenne ou la S_2) sont comprimées durant le passage de la lame alors que les parties rigides (telle que la couche G) ne le sont pas. Après le passage de la lame, la relaxation des différents états de contrainte entraîne le relèvement des parties souples par rapport aux parties dures comme la couche G.

Une autre explication serait la relaxation des contraintes de croissance. Si la couche G est en plus forte précontrainte de tension que les autres couches, la coupe transverse peut être à l'origine de la relaxation des contraintes qui ont produit ce différentiel que nous mesurons. Ces deux explications peuvent être vraies et les deux phénomènes peuvent agir conjointement. Nous observons alors la somme des deux effets.

Après séchage partiel (sec à l'air), un différentiel de retrait beaucoup plus grand que l'initial est observé ; celui-ci est accompagné d'un fort retrait de la couche G dans le plan transverse par rapport aux autres couches. Ce fort retrait transverse permet le décollement de la couche G. Il pourrait ainsi être argumenté que cette séparation des couches permet une plus complète relaxation des contraintes. Ainsi, le retrait observé ne serait que le résultat de l'expression des contraintes de croissance.

Les expérimentations sur la recouvrance hygro-thermique⁹ par mise à 80°C de l'échantillon pendant deux heures montrent que le retrait observé au séchage n'est pas issu d'un complément de relaxation de contraintes.

Le gonflement de la couche G dans l'eau après séchage tend à confirmer l'hypothèse d'un retrait au séchage de la couche G.

III.5. Conclusions

Les observations en AFM ont permis de confirmer les observations réalisées au microscope électronique à balayage. Elles ont notamment permis l'observation des échantillons avant séchage.

Pour poursuivre cette étude, il serait maintenant intéressant de pouvoir travailler en humidité contrôlée et notamment de pouvoir atteindre l'état anhydre. Des essais ont été réalisés sur un dispositif présenté par *Molecular Imaging* permettant de contrôler l'état d'humidité et la température de l'échantillon pendant l'essai. Ces essais n'ont pas donné les résultats souhaités. La minimisation de la chambre d'observation pour le contrôle en humidité a été réalisée au détriment du système optique. Il n'est donc pas possible à ce jour de retrouver un même lot de cellules pour diverses humidités avec ce système.

Notons aussi la limite d'une méthode "contact" qui ne permet pas de travailler sur des zones trop poreuses.

IV. ESSAIS D'OBSERVATION PAR MICROTOPOGRAPHIE OPTIQUE

Etant donné le caractère très exploratoire de cette partie, il a été préféré de la mettre en annexe (Annexe 3).

⁹ Les origines et le principe de la recouvrance hygrothermique sont décrit par Kübler 1987 et Gril et Thibaut 1994.

V. ELEMENTS D'IDENTIFICATION DES CINETIQUES DES RETRAITS A L'ECHELLE PARIETALE DANS LE BOIS DE TENSION A COUCHE G.

Les expérimentations présentées dans ce paragraphe ont été rendues possibles grâce à l'amabilité et la confiance de Henry Garreau, maître de conférence à la Faculté de Pharmacie de Montpellier (CRBA, UMR CNRS 5473). Il s'agit d'essais préliminaires réalisés en fin de thèse et qui mériteront d'être développés prochainement.

Les résultats présentés dans le chapitre 2 à propos du comportement macroscopique au séchage (retrait, PSF et rigidité axiale) des bois de tension à couche G ainsi que ce que nous venons de voir dans ce chapitre à l'échelle de la paroi, conduisent à souhaiter le suivi du séchage de ces bois à l'échelle pariétale. Même si nous ne disposons pas aujourd'hui d'outils pour mesurer les cinétiques de perte d'eau (ou de teneur en eau) dans les différentes couches de la paroi, des observations des retraits de ces couches pendant le séchage peuvent nous donner quelques informations sur les phénomènes qui se produisent à cette échelle : retraits des couches, déformation du réseau cellulaire et décollement des parois.

Malgré l'intérêt certain de la microscopie électronique à balayage pour l'observation des structures, cette technique présente un inconvénient majeur pour l'observation du retrait : la nécessité de faire les observations à l'état anhydre et donc l'impossibilité de connaître l'état initial avant séchage et de suivre le retrait. La possibilité d'utiliser un microscope électronique environnemental nous a permis de suivre, dans le plan transverse, les retraits au séchage d'un cube de bois de tension de peuplier.

V.1. Préparation des échantillons

L'étude a été réalisée sur le bois de tension de peuplier présenté en début de chapitre. Les observations sont réalisées sur des cubes de bois de 1 mm de côté, préparés selon la même technique que pour les observations en microscopie à force atomique sauf que l'échantillon est posé sur son socle sans collage.

V.2. Observations en microscopie électronique environnementale

Les observations ont été réalisées sur un microscope électronique à balayage environnemental (Philips XL30 ESEM -*Environmental Scanning Electron Microscope*). Ce type de microscope permet l'observation de l'échantillon à différentes humidités et sans métallisation préalable. Le contrôle de l'humidité dans l'enceinte se fait par le contrôle de la pression et de la température. Il est en réalité difficile de donner une valeur quantitative de l'humidité, mais on en connaît en revanche le sens des variations : une baisse de pression à température constante ou une augmentation de température à pression constante ont pour conséquence une baisse de l'humidité dans l'enceinte. En début d'expérience, la température était de 4°C et la pression de 5 Torr, en fin, la température de 25°C et la pression de 2 Torr.

Quatre échantillons ont été observés. Pour le premier, durant les 2 ou 3 premières minutes d'observation, l'eau est encore présente dans les lumens des vaisseaux et des fibres. La première image (figure 81a) est acquise dès le départ de l'eau libre. On observe dans un premier temps la contraction de la couche gélatineuse (figure 81 a à c ; pour ordre de grandeur, le temps entre deux images successives est de l'ordre de 10 minutes). Durant cette phase on observe peu de décollement de la couche G.

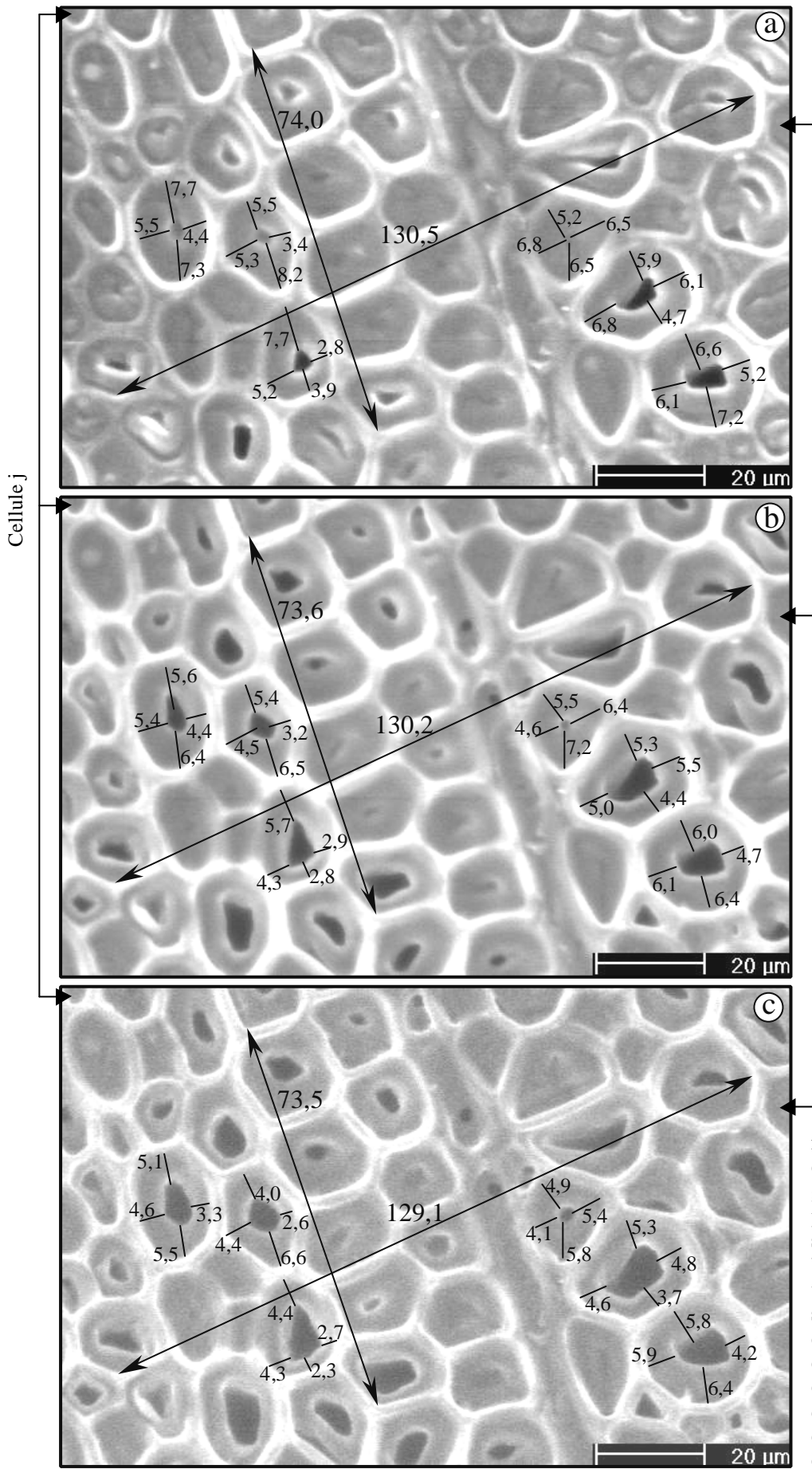


figure 81 : observation du retrait de la couche gélatineuse lors de la première phase du séchage. Les images a, b et c correspondent à trois étapes successives sur un même lot de cellules. Les mesures de distance entre deux cellules et les mesures d'épaisseur de la couche G sont exprimées en µm.

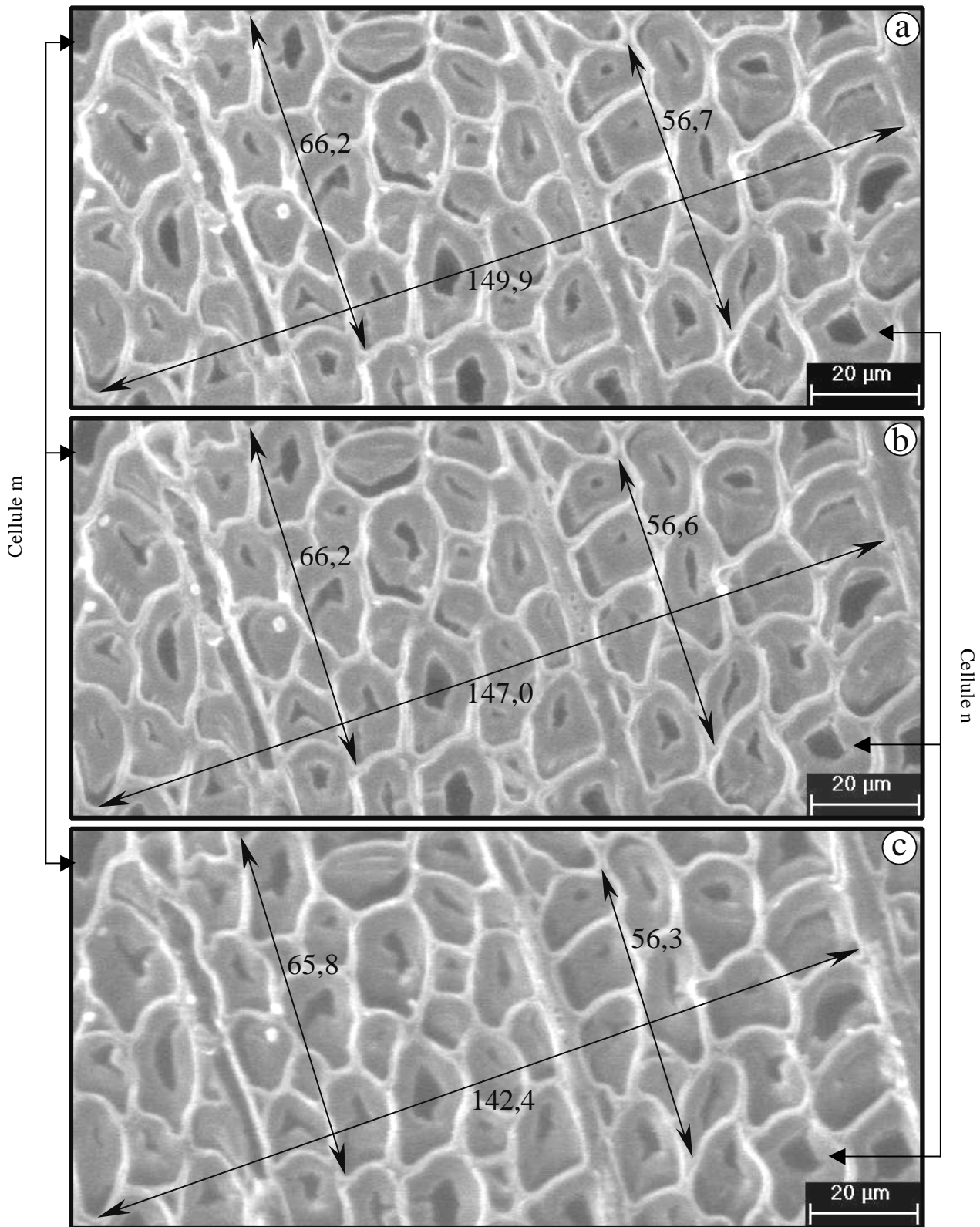


figure 82 : observation du retrait lors de la seconde phase du séchage. Les images a, b et c correspondent à trois étapes successives sur un même lot de cellules. Les mesures de distance entre deux cellules sont exprimées en μm .

Puis l'échantillon a brusquement "bougé", ce déplacement peut être dû à une forte déformation de l'ensemble de l'échantillon faisant sortir la zone observée du champ d'observation. Ou bien, plus probablement, ce déplacement correspond à une translation de

l'ensemble de l'échantillon pouvant être causée par le départ d'une pellicule d'eau libre ou d'une bulle d'air sous l'échantillon.

Les observations qui suivent n'ont donc pas pu être réalisées sur la même zone. La figure 82 (a à c) présente les étapes successives du retrait d'un autre lot de cellules du même échantillon. La couche G ne semble plus se rétrécir significativement. En revanche, on observe une forte déformation du réseau et une dérive de la zone observée sous le microscope. Les images de la figure 82 ont été recadrées et recentrées par le coin en haut à gauche. On observe alors, en regardant le bord droit des trois images, les forts retraites transverses. De nombreux décollements de la couche G sont visibles dès la première image.

Pour les trois autres essais, les échantillons sont préalablement collés (même principe que pour les observations en AFM), mais les premières observations montrent que l'eau s'est déjà retirée des lumens et que la couche G est déjà partiellement décollée. Il semble que lors de la mise sous vide partiel, un premier séchage ait eu lieu. Les résultats ne sont donc pas exploitables.

V.3. *Résultats et discussion*

Durant la première phase de séchage, à l'échelle du groupe de fibres, la mesure de la distance entre deux cellules à deux instants (figure 81) permet de donner un ordre d'idée du retrait "macroscopique" transverse entre les deux états correspondants. On obtient entre les instants "a" et "c", des retraites de l'ordre de 1,1 % dans la direction tangentielle (dont 0,2 % entre les instants "a" et "b") et de 0,7 % dans la direction radiale (dont 0,5 % entre les instants "a" et "b").

Entre les états "a" et "c", des mesures sont réalisées pour quantifier les retraites transverses de la couche G. L'épaisseur de la couche G est mesurée en 4 points pour 6 cellules. En moyenne sur les 24 mesures, on observe un retrait dans l'épaisseur de la couche de l'ordre de 20 % (max~43 %, min~3 %) sans différences significatives en moyenne entre les directions radiale et tangentielle. En moyenne, ce retrait s'exprime pour moitié entre les instants "a" et "b" et pour moitié entre les instants "b" et "c"). Ces fortes déformations de la couche ne s'accompagnent généralement pas de décollements à l'interface avec la couche S_2 .

Il y a donc dans cette première phase un fort retrait de la couche G sans forte déformation macroscopique de l'échantillon. La déformation de la couche G se traduit globalement par un élargissement des lumens. Ceci peut s'expliquer par l'absence de maintien par une couche supplémentaire de type S_3 dans laquelle un angle des microfibrilles très incliné bloquerait les déformations du lumen. Cette faible déformation du réseau signifie aussi que l'eau présente dans les couches autres que G reste liée alors que l'eau de la couche G commence à s'extraire. Dans ce cas, soit l'eau des parois gélatineuses est moins liée que l'eau des autres couches, soit ce départ premier de l'eau de la couche G est dû à la proximité des lumens qui facilite le transfert.

Durant la deuxième phase du séchage (figure 82), le retrait global du réseau entre les instants "a" et "c" est de l'ordre de 5% dans la direction tangentielle (dont 1,9 % entre "a" et "b") et 0,6 % dans la direction radiale (dont 0,1 % entre "a" et "b"). Durant cette même phase, le retrait de la couche G dans l'épaisseur est nul ou trop faible pour être mesurable. Il est difficile de dire, étant donnés les fortes déformations et les décollements, s'il y a du retrait tangentiel (dans le repère de la cellule). Cette deuxième série d'observations confirme que le retrait de la couche G et celui des autres couches de la paroi sont décalés dans le temps.

Alors que les décollements sont très peu nombreux sur la dernière image (figure 81c) de la première phase, ceux-ci sont très présents dès la première image de la seconde phase (figure 82a). On n'a donc pas pu assister à la phase (d'une dizaine de minutes) pendant laquelle se

produit la majeure partie du décollement. N'ayant pas pu nous positionner sur le même lot de cellules avant et après décollement, nous ne pouvons pas connaître le retrait du réseau et celui des parois pendant cette phase intermédiaire.

On peut en première approche admettre que dans la première phase, la couche G se déforme de façon isotrope dans les directions transverses avec une surface extérieure "bloquée" par l'adhérence à la couche S_2 . Or le retrait tangentiel (dans le repère de la cellule) n'est pas compatible avec le maintien de la circonférence. La couche G se trouve donc en fin de cette phase en contraintes de tension radiale et tangentielle (dans le repère de la fibre). Ceci sera d'autant plus vrai que la rigidité transverse de la couche G sera forte, or on peut supposer que celle-ci se rigidifie durant son séchage. Il est aussi probable que dans cette première phase, il y a aussi un retrait axial de la couche G. Le retrait axial aurait lui aussi pour conséquence la mise en contrainte de la couche. Ces fortes mises en contraintes de la couche G durant le séchage se libèreraient alors par son décollement de la couche extérieure (S_2).

Si le décollement de la couche G est de type "phénomène de rupture + propagation de fissure", il n'est pas surprenant qu'il se produise "brutalement" et que les 10 minutes d'absence d'information nous privent de toute la phase où se produit le décollement.

Il apparaît que la plus grande part du retrait transverse de la fibre G se produit avant décollement. S'il en est de même pour le retrait longitudinal, la forte adhérence des couches pendant cette première phase du retrait conforte les résultats précédents sur le rôle moteur de la couche G dans le retrait longitudinal macroscopique. Ceci est aussi à rapprocher des résultats du chapitre 2 montrant que plus il y a de fibres à couche G plus le retrait longitudinal s'exprime tôt dans le processus de séchage.

Les résultats de ce paragraphe sont à mettre en relation avec les mesures du Point de Saturation des Fibres présentées dans le chapitre 2. On peut en effet se questionner sur la validité de la technique utilisée (reposant sur la mesure des variations dimensionnelles macroscopiques) sur les bois de tension à couche G quand on s'aperçoit que de très fortes variations dimensionnelles dans une partie de la paroi peuvent quasiment ne pas affecter le retrait macroscopique transverse.

V.4. Conclusions

Les observations réalisées en microscopie électronique environnementale mettent en évidence différents phénomènes :

- Le retrait transverse apparaît d'abord dans la couche G puis dans les autres couches de la paroi.
- Le fort retrait transverse de la couche G ne semble que très faiblement affecter le retrait macroscopique dans les directions transverses. Ceci peut être expliqué par la structure de la couche G permettant la libre déformation sur sa face intérieure.
- Le décollement entre la couche G et la couche S_2 n'apparaît qu'en fin de la phase de retrait de la couche G.

Ces observations confortent l'hypothèse du rôle majeur de la couche G dans le retrait longitudinal du bois de tension.

Il serait maintenant nécessaire de poursuivre cette étude :

- par l'observation de la phase intermédiaire qui n'a pu être observée et la détermination précise des instants :
 - où se termine le retrait de la couche G,

- où débute le fort retrait macroscopique,
 - où se produit le décollement de la couche G.
- par des observations similaires avec un angle plus important par rapport à la normale pour suivre le retrait longitudinal.
 - par le suivi simultané des cinétiques de retrait L et T sur des échantillons macroscopiques de bois de tension pour confirmer que le retrait longitudinal apparaît dans la première phase alors qu'il n'y a que peu de retrait transverse puis que le retrait axial cesse pour laisser place au retrait transverse dans une seconde phase. Des expérimentations similaires sont cités sur du bois de résineux (Mothe 1988) ou du bois normal de feuillu (Chanson 1988).

VI. CONCLUSION DE L'APPROCHE EXPERIMENTALE DE DETERMINATION DU RETRAIT AXIAL A L'ECHELLE PARIETALE

Les différentes observations ont montré un très fort retrait de la couche G contrairement à ce qu'annonçait Norberg et Meier (Norberg et Meier 1966). Pour discuter le travail de ces auteurs, nous pouvons remarquer que malgré le retrait important que nous observons (de l'ordre de 5 %) cela correspond sur les portions (20 μm) de fibre G qu'ils observaient à des déformations de l'ordre du micromètre. De si faibles déformations sont difficiles à observer par microscopie optique notamment dans le cas de portions de fibres pour lesquelles les limites des sections ne sont pas très nettes. Notons aussi que les fibres qu'ils mesurent ont subi une première déshydratation à l'éthanol ; or nous avons montré que le regonflement n'était pas total.

Il apparaît clairement que les outils disponibles aujourd'hui permettent une nouvelle investigation pour la mesure du retrait. En complément de ces premiers résultats, il semble intéressant de poursuivre cette étude, notamment en contrôlant l'humidité et la température, pour étudier les cinétiques des retraits dans les trois directions dans chaque couche ou le comportement des couches G et S₂ après rupture de leur cohésion localement. Les premières investigations en microscopie électronique environnementale ont montré la faisabilité de ces études, malgré la mise au point nécessaire du protocole expérimental. Les techniques d'AFM environnementale pourront aussi être envisagées.

Plus globalement, il serait aussi intéressant d'étudier le retrait de chaque couche de la paroi et notamment dans le bois normal, le bois de compression, le bois juvénile ou le bois de tension sans fibre G.

Enfin, alors que l'approche présentée ici donne essentiellement des résultats relatifs aux déplacements d'une couche par rapport à une autre, il semble aujourd'hui indispensable de poursuivre par une quantification des retraits réels de ces couches.

VII. MODELISATION DU RETRAIT AU SECHAGE DU BOIS DE TENSION A COUCHE GELATINEUSE

La fibre de bois est modélisée par éléments finis comme une superposition de couches concentriques. Ce modèle a été réécrit dans Castem 2000 d'après un modèle analytique développé pour modéliser l'influence de l'angle des microfibrilles sur les déformations de maturation et de séchage (Sassus 1998 ; Yamamoto 1999b ; Yamamoto *et al.* 2001). La modélisation par éléments finis permet de modéliser l'effet de bord en bout de cellule sectionnée ; ceci en vue de comprendre les observations par la simulation.

La représentation axisymétrique permet une modélisation de la fibre en 2 dimensions (figure 83).

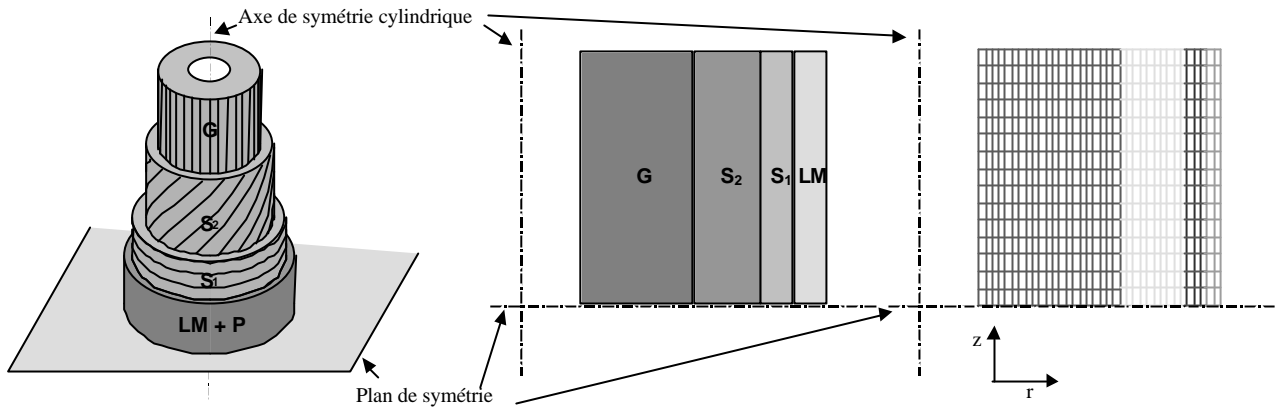


figure 83 : représentation 3D, modélisation 2D et maillage des couches de la paroi cellulaire

Cette représentation axisymétrique permet aussi de rendre compte de la restriction de cisaillement puisqu'il ne peut pas y avoir de déplacements tangentiels.

- **Création du maillage**

Les couches sont représentées par des rectangles en contacts deux à deux. Chaque rectangle est maillé par des rectangles élémentaires. La finesse du maillage est définie par le nombre d'éléments par micron. Nous utilisons un maillage de l'ordre de un élément par micron suivant z et sept éléments par microns suivant r . Les rectangles élémentaires sont repérés par huit points aux sommets et aux centres des faces du rectangle.

- **Blocages mécaniques et thermiques**

Les déplacements suivant z sont bloqués sur la ligne inférieure (le long du plan de symétrie).

Le bord extérieur de la cellule (bord droit sur le maillage) est contraint à se déplacer suivant r de manière homogène sur toute sa longueur. Ceci permet de prendre en compte que la cellule est entourée par les cellules voisines et ne peut pas se déplacer librement suivant r .

Les variations d'humidité sont contrôlées par la procédure "thermique" de Castem. La dilatation hydrique est ainsi assimilée à une dilatation thermique. Dans ces conditions, la température est fixée uniforme dans tout le matériau.

Seuls deux états hydriques sont considérés : état initial : saturé et état final : anhydre.

Dans le cas d'une fibre infinie, on ajoute comme condition que le bord supérieur de la cellule (ligne du haut sur le maillage) est contraint à se déplacer suivant z de manière homogène sur tout le rayon.

- **Définition du modèle**

Chaque couche est considérée comme élastique orthotrope.

- **Définition des propriétés des couches**

Les propriétés élastiques et de retrait de chaque couche sont calculées en supposant une disposition en parallèle du réseau microfibrillaire cellulosique et de la matrice. L'angle que fait le réseau avec l'axe de la cellule est défini pour chaque couche.

La matrice et le réseau microfibrillaire sont représentables par deux matériaux poreux superposés : le vide dans le réseau microfibrillaire est occupé par la matrice et vice versa (figure 84). On suppose que la superposition des deux matériaux est telle que leur déformation est la même et égale à la déformation de la couche et que la contrainte de la couche est la somme des contraintes de la matrice et du réseau microfibrillaire :

$$e = e^m = e^f \quad (43) \quad \text{et} \quad s = s^f + s^m \quad (44)$$

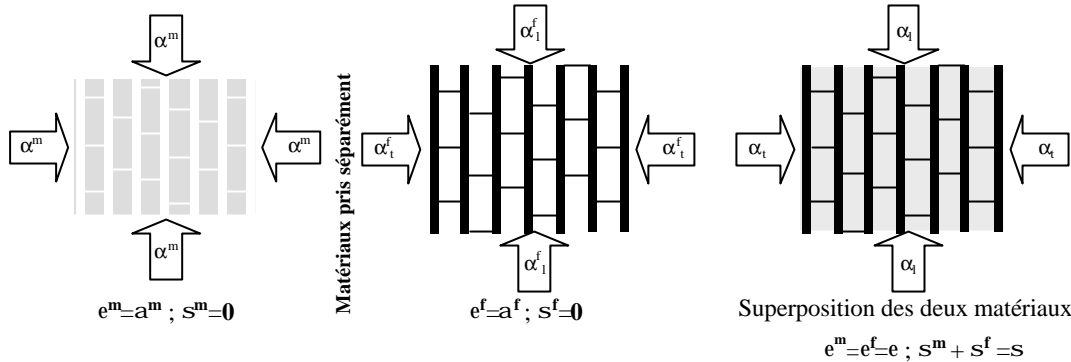


figure 84 : Schématisation du principe de superposition des deux constituants de la couche (Sassus 1998).

Cette hypothèse représente l'assemblage de deux composants en parallèle dans toutes les directions. Le principe de superposition des déformations et des contraintes permet d'écrire comme loi de comportement pour la couche :

$$s = x^f \cdot C^f (e - a^f) + x^m \cdot C^m (e - a^m) = C(e - a) \quad (45) \quad \text{avec } x^n \text{ la proportion de } n \text{ et } x^f + x^m = 1$$

C'est aussi une loi de comportement élastique avec déformations induites. La rigidité et la déformation potentielle sont :

$$C = x^f \cdot C^f + x^m \cdot C^m \quad (46) \quad \text{et} \quad a = C^{-1} [x^f C^f a^f + x^m C^m a^m] \quad (47)$$

La matière ligneuse ainsi construite par superposition est isotrope transverse dans le repère lié au réseau microfibrillaire (rtl).

(i) Propriétés élastiques

Dans un premier temps, les matrices des complaisances et des rigidités de la matrice et du réseau cellulosique sont calculées.

L'association en parallèle de la matrice et du réseau permet ensuite une détermination des propriétés de la couche par addition des rigidités des deux composants pondérées par leurs proportions relatives. On obtient, dans le repère du réseau (rtl) : $C = x^f \cdot C^f + x^m \cdot C^m$

On effectue ensuite une rotation de la matrice des rigidités de chaque couche du repère rtl (propre à chaque couche) vers le repère de la fibre (RTL) d'après l'angle des microfibrilles dans la couche. Pour la couche LM, l'angle aléatoire des microfibrilles est réalisé par superposition de 3 couches pondérées à $\frac{1}{4}$, $\frac{1}{2}$ et $\frac{1}{4}$ dans lesquelles l'angle des microfibrilles est respectivement de 0° , 45° et 90° .

(ii) Propriétés de retrait

Les produits retrait-rigidité dans les trois directions sont d'abord calculés dans rtl pour le réseau et pour la matrice : $C_{rtl}^f \alpha^f$ et $C_{rtl}^m \alpha^m$.

Puis le produit retrait-rigidité dans les trois directions est calculé pour chaque couche en tenant compte des proportions de matrice et de réseau dans rtl puis par rotation selon l'angle des microfibrilles dans RTL.

Le résultat est ensuite multiplié par la complaisance dans la direction correspondante pour donner les coefficients de retrait de la couche dans RTL.

$$a_{RTL} = C_{RTL}^{-1} [x^f C_{rtl}^f a_{rtl}^f + x^m C_{rtl}^m a_{rtl}^m]_{RTL} \quad (48)$$

VII.2. Paramètres d'entrée

Les différentes couches sont décrites par leur épaisseur, l'orientation des microfibrilles, la proportion des éléments constitutifs (matrice et fibres) et leurs propriétés. Les valeurs utilisées sont reportées dans les tableau 14 et tableau 15.

	LM	S ₁	S ₂	G
Epaisseur pour le peuplier (µm)	0,25**	0,25**	0,5**	3,5**
Epaisseur pour le hêtre (µm)	0,5**	0,5**	1,5**	3,5**
% cellulose	10 %*	53 %*	53 %*	100 %
Angle des microfibrilles	aléatoire	67°*	20°***	0°

tableau 14 : caractéristiques des couches de la paroi (* d'après Watanabe et Norimoto 2000, ** d'après des observations personnelles, *** d'après Trénard 1981)

	E _l	E _t	v _{tt}	v _{lt}	G _{tt}	G _{lt}	α _r	α _t	α _l
Matrice	4*	4*	0,3*	0,3*	1,54	1,54	0,07	0,07	0,07
Cellulose	134,0*	27,2*	0,04*	0,1*	13*	4,4*	0	0	0
Cellulose dans G	134,0*	27,2*	0,04*	0,1*	13*	4,4*	0,3**	0,3**	?? 0

tableau 15 : caractéristiques des composants de la paroi (* d'après Watanabe et Norimoto 2000, ** d'après des observations personnelles).

L'utilisation de valeurs issues de la modélisation des trachéides est discutable. Ces données permettent dans un premier temps une estimation avec un bon ordre de grandeur. Par la suite, on pourra essayer de déterminer des valeurs plus proches de la réalité de la cellule du bois de tension.

VII.3. Ajustement des paramètres pour une conformité à l'expérience (effet de bord sur une section de fibre)

Avant de simuler une section de fibre, nous nous intéressons à la dépendance de la longueur de la section sur le différentiel de retrait observé. Le différentiel est défini comme la distance Δz (figure 85) entre le point le plus haut de la surface et le point le plus bas (sur la couche G).

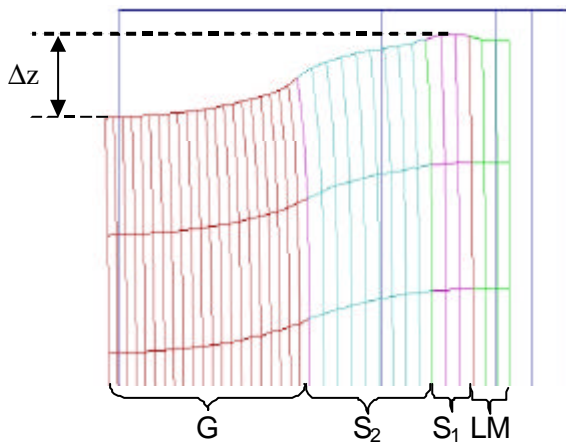


figure 85 : mesure du différentiel de retrait Δz sur la paroi simulée

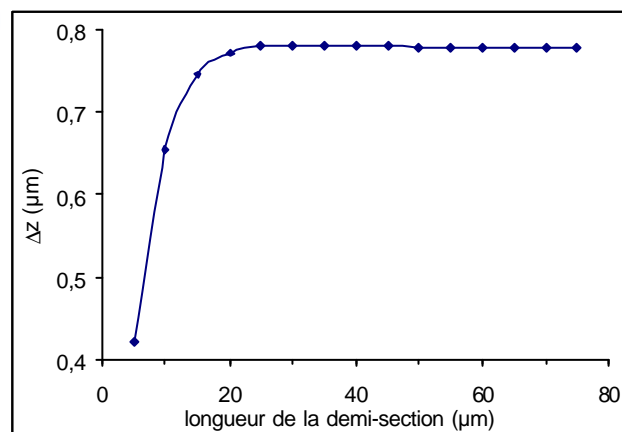


figure 86 : influence de la longueur de la demi section sur le différentiel de retrait calculé

Les simulations montrent que pour des demi-sections supérieures à $20\ \mu\text{m}$, le différentiel de retrait ne dépend quasiment plus de la longueur de la fibre (figure 86).

Pour avoir une première estimation du retrait que l'on peut attendre dans la couche G, nous nous intéressons à une fibre "infinie" dans le but de retrouver des valeurs macroscopiques du retrait. Si l'on suppose que le retrait longitudinal macroscopique d'un échantillon exclusivement composé de fibres à couche G ne peut pas excéder 1,5 % et que dans la fibre *in situ* la couche G reste adhérente à la couche S_2 (cf. observations expérimentales), avec le jeu de paramètres présenté précédemment, la valeur maximale de retrait longitudinal pour la couche G est de 2 %.

En prenant cette valeur de 2% de retrait longitudinal dans la couche G, la modélisation d'une portion de fibre de $40\ \mu\text{m}$ de demi-section (correspondant à la dimension de $80\ \mu\text{m}$ des sections observées expérimentalement) montre un différentiel de retrait de $0,5\ \mu\text{m}$ (figure 87).

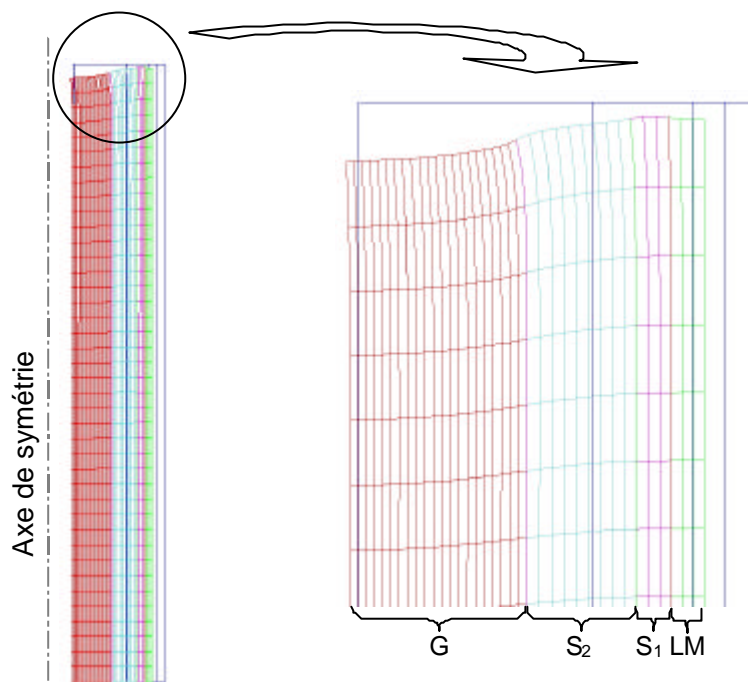


figure 87 : déformation de séchage en surface d'une fibre modélisée par éléments finis (le cadre bleu marine défini le contour des couche avant déformation).

Or les observations réalisées sur le peuplier montrent un différentiel de retrait de l'ordre de $2\ \mu\text{m}$. Afin d'expliquer cette différence, nous introduisons dans le modèle le décollement progressif des couches G et S_2 (figure 88). Dans ces conditions, un différentiel de retrait de $2\ \mu\text{m}$ est atteint pour un décollement de $30\ \mu\text{m}$ sur la demi-section de $40\ \mu\text{m}$.

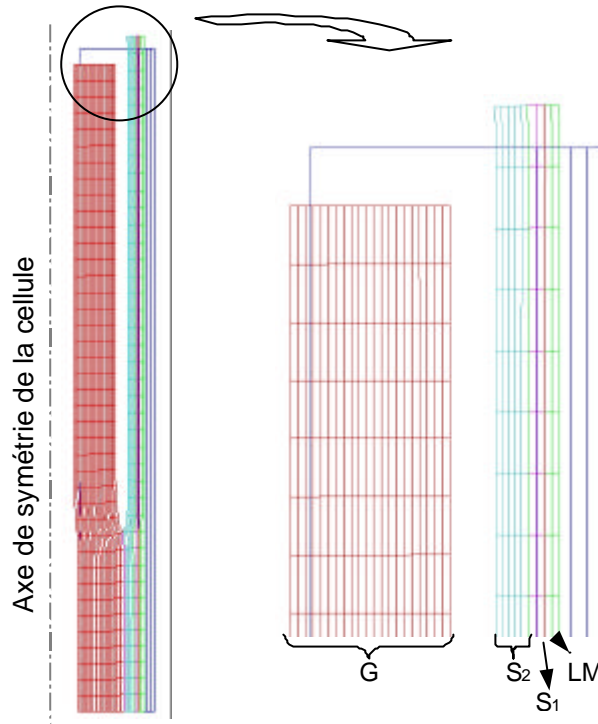


figure 88 : déformation de séchage d'une fibre modélisée par éléments finis avec décollement des couches G et S₂ (le cadre bleu marine définit le contour des couches avant déformation).

VII.4. "Cinétiques" de décollement de la couche G

Le modèle ainsi proposé, nous permet d'avoir une idée de la "brutalité" apparente du décollement pour interpréter les observations réalisées en microscopie environnementale. Nous appelons décollement apparent, la largeur de la fissure visible dans le plan transverse en fonction de sa profondeur. En réutilisant les paramètres précédemment décrits, on se rend compte que la fissure visible dans le plan transverse atteint très rapidement sa dimension définitive (figure 89) d'où l'impression de "brutalité". Il nous manque cependant les cinétiques de cette fissuration. Pour les évaluer, il sera envisageable de reprendre le modèle en y introduisant des critères d'énergie de rupture.

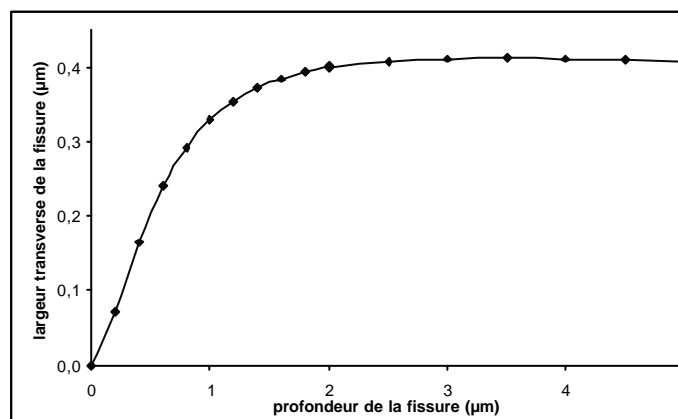


figure 89 : largeur apparente (transverse) de la fissure en fonction de sa profondeur.

On peut aussi regarder la contribution des retraits longitudinal et transverse de la couche G dans l'ouverture apparente de la fissure (figure 90).

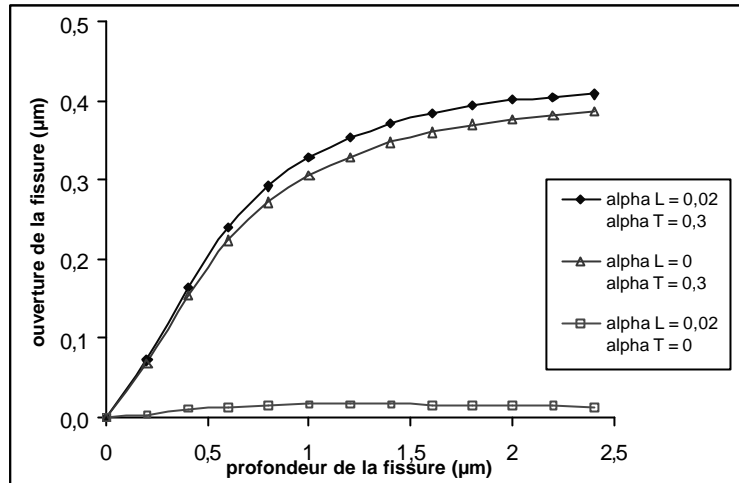


figure 90 : effet des retraits transverse et axial de la couche G sur l'ouverture de la fissure en fonction de sa profondeur.

On se rend compte d'après cette modélisation que le retrait axial de la couche contribue, bien que de façon mineure, au décollement apparent de la couche.

VII.5. Limites de l'approche élastique linéaire

Ce modèle est limité par son approche élastique linéaire. En réalité, les composants de la paroi cellulaire peuvent avoir un comportement non linéaire sous l'effet combiné des changements de contraintes et d'humidité (effets mécanosorptifs).

Les déformations dans la paroi ont en fait trois origines : $\epsilon = \epsilon^{el} + \epsilon^h + \epsilon^{anel}$

- ϵ^{el} : déformation élastique (liée à une contrainte)
- ϵ^h : déformation hydrique de séchage (liée à la dilatation hydrique)
- ϵ^{anel} : déformation anélastique (liée au comportement viscoélastique et mécanosorptif)

$$\epsilon^{anel} = \epsilon^{visco} + \epsilon^{ms}$$

Cette déformation anélastique agit de manière opposée aux déformations élastiques et hydriques. Ainsi, le retrait réel de la fibre G est probablement plus fort que les 2% que nous donne le résultat de la modélisation élastique.

Si on suppose maintenant qu'il se produit un décollement de la couche G au cours du séchage, la cinétique de séchage pourrait se décomposer en deux temps : avant et après décollement. Pendant une première phase, le fort retrait de la couche G, très adhérente, induit de fortes déformations dans les autres couches. Ceci d'autant plus que durant cette phase où l'humidité est importante dans la paroi cellulaire, la matrice composée de lignines et d'hémicelluloses a une rigidité assez faible (Cousins 1976 ; Cousins 1978). Puis le fort retrait transverse de la couche G entraîne son décollement de la couche S_2 . La rigidification des couches lignifiées au cours du séchage va tendre à bloquer ces déformations. Cette hypothèse est illustrée par la figure 70 où l'on voit le gradient de déformation de la couche S_2 alors que la couche G est déjà très décollée. Dans ce cas nous sommes en présence d'une déformation plastique. Les bases de notre calcul à partir d'une déformation macroscopique ne sont donc plus valables. Le retrait de la couche G serait dans ce cas aussi, plus important que celui que nous avons pu modéliser.

Suite aux observations en microscopie électronique environnementale, il sera nécessaire de reprendre la modélisation du retrait longitudinal de la fibre de bois de tension en tenant compte notamment de la cinétique de séchage et éventuellement de la rigidification probable de la couche G.

VII.6. Conclusion

La modélisation de la fibre comme une superposition de couches concentriques aux propriétés élastiques ne permet que partiellement de rendre compte des phénomènes observés. Il apparaît tout de même par ce modèle que la structure et les propriétés de la couche gélatineuse doivent être reconsidérées. Il est notamment nécessaire d'introduire un coefficient de retrait non nul pour la cellulose dans les directions transverse et longitudinale. A moins que l'on ne considère aussi la couche G comme un arrangement de microfibrilles de cellulose cristalline dans une matrice de cellulose amorphe dont il faudrait déterminer la proportion, l'arrangement et les propriétés.

Il est important de souligner que la validité d'une modélisation réside dans la pertinence des paramètres d'entrée. Pour ce modèle, ont été utilisés des paramètres de propriétés classiquement utilisés pour les bois de résineux. Les propriétés des couches sont calculées d'après une loi de mélange des constituants dont les propriétés ont été estimées hors contexte cellulaire. On peut alors se poser la question de la validité d'une telle approche, notamment dans le cas de la couche G pour laquelle la structure est très mal connue. Il apparaît alors comme une priorité de mettre au point des outils permettant de mesurer les propriétés mécaniques des couches de la paroi cellulaire.

VIII. CONCLUSION

Les observations d'un retrait important de la couche G vont à l'encontre des résultats de Norberg et Meier (1966). Ainsi, le retrait de la couche G, loin d'être négligeable, pourrait être le moteur du fort retrait macroscopique observé dans le bois de tension.

Cependant, ce que nous observons est difficile à expliquer au regard de ce que nous connaissons de la microstructure de la couche G. La connaissance de cette couche comme étant essentiellement composée de cellulose cristalline avec un très faible angle des microfibrilles ne permet pas de comprendre les observations avec un modèle tel que ceux du type de Barber (Barber 1968).

Alors que la structure de la fibre gélatineuse dans la direction transverse est sujette à controverses (Norberg et Meier 1966 ; Côté *et al.* 1969 ; Faruya *et al.* 1970), ces observations posent le problème de l'arrangement longitudinal des microfibrilles de cellulose. La coexistence d'un fort retrait axial et de forts retraits transverses dans la couche G comparativement aux couches S_1 et S_2 nécessite de prendre en compte une organisation complexe de cette couche. Les retraits observés supposent l'existence de zones où la cellulose est très sensible aux variations d'humidité. Dans le cas du hêtre ou du peuplier, il semblerait que ces zones (amorphes ou désordonnées (Fengel et Wegener 1984 ; Yamamoto *et al.* 2000)) soient intercalées dans les zones de cellulose cristalline (supposée insensible aux variations d'humidité) aussi bien dans la direction axiale que dans la direction transverse.

L'utilisation d'un modèle nous a permis d'appréhender certains phénomènes de manière qualitative, mais nous nous rendons compte que la validité de la modélisation est limitée par le manque d'informations sur le comportement mécanique des couches modélisées. Il semble donc important de mettre au point des outils permettant d'accéder au comportement mécanique des couches de la paroi cellulaire.

CHAPITRE 4 : ESTIMATION DE LA RIGIDITE AXIALE A L'ECHELLE PARIETALE

Dans l'approche multi-échelle de détermination des propriétés mécaniques dans le bois, le modélisateur se trouve face à un manque de données expérimentales à l'échelle des couches de la paroi.

Entre la mesure des propriétés des composants isolés (lignines (Cousins 1976), hémicellulose (Cousins 1978) et cellulose (Sakurada *et al.* 1962) et la mesure des propriétés de la cellule ou de portions de double-paroi (Bergander et Salmén 2000b, c), aucune étude ne s'intéresse à ce jour aux propriétés à l'échelle des couches de la paroi cellulaire. L'obtention de mesures à cette échelle permettrait à la fois une meilleure compréhension sur l'interaction des éléments constitutifs entre eux (ex : interaction matrice / réseau microfibrillaire) et sur les interactions à l'interface entre couches (ex : transition entre S_1 et S_2).

Dans cette optique, deux études ont été développées pour l'obtention des propriétés élastiques et viscoélastiques des couches de la paroi cellulaire :

Les potentialités de la microscopie acoustique ont été explorées et un nouveau microscope a été conçu pour répondre spécifiquement aux contraintes des matériaux tel que le bois.

Un nouveau mode d'utilisation de la microscopie à force atomique a été développé permettant, à terme, une cartographie des rigidités dans la paroi à l'échelle nanométrique.

I. MISE AU POINT D'UN MICROSCOPE ACOUSTIQUE EN TRANSMISSION

Divers types d'imagerie, tels que les microscopies photonique ou électronique, permettent de rendre compte de la structure géométrique 2D ou 3D à l'échelle du tissu ou de la cellule. Couplées à des techniques de coloration, d'analyse chimique par microsondes ou de marquage immunocytologique, elles permettent aussi d'avoir des informations sur la composition chimique des tissus ou des éléments de parois observés.

La microscopie acoustique permet d'obtenir des informations sur le comportement élastique à l'échelle locale pour des matériaux à forte rigidité (métaux, céramiques, composites...). Les applications à des matériaux plus complaisants et moins homogènes comme les tissus d'origine biologique sont plus rares (Bereiter-Hahn 1995) et n'ont pas été développées pour une caractérisation mécanique quantitative. Les récents progrès en terme de micro-déplacements, d'acquisition et de traitement du signal on permet d'envisager le développement d'un microscope acoustique spécialement dédié à l'étude des matériaux biologiques et particulièrement du bois.

Dans ce paragraphe, sont d'abord présentés les principes de la microscopie acoustique et les résultats obtenus sur le bois par l'utilisation des microscopes existants. Face aux limites des outils existants, un nouveau microscope a été mis au point. Le travail de conception est décrit depuis le cahier des charges jusqu'à la validation et les premiers résultats sur le bois sont présentés.

1.1. Principe de la microscopie acoustique

Il s'agit de sonder la réponse d'un matériau à la sollicitation mécanique produite par une onde acoustique (onde ultrasonore). Diverses informations peuvent être extraites suites à cette sollicitation telles que la vitesse de l'onde dans le matériau, la part de l'onde réfléchie, la part

de l'onde transmise et son atténuation. Ces informations sont directement liées aux propriétés du matériau.

L'onde ultrasonore est produite par conversion d'un signal électrique en signal acoustique au moyen d'un transducteur piézo-électrique (cristal d'oxyde de zinc par exemple) (Attal 1983). Ce cristal vibre à la fréquence du signal électrique auquel il est soumis (de 1 MHz à 2 GHz). L'intérêt des très hautes fréquences est lié au critère de Rayleigh qui dit que la résolution latérale est de l'ordre de la moitié de la longueur d'onde. Plus la fréquence est élevée plus la longueur d'onde est courte et donc meilleure est la résolution¹⁰.

L'onde n'est pas générée en continu, mais par courtes impulsions pour obtenir des échos temporellement séparés. Ces impulsions ultrasonores se propagent le long d'une "ligne à retard" en saphir de synthèse (Alumine oxydée, choisie pour ses propriétés acoustiques) au bout de laquelle est usiné un dioptre concave (appelé "lentille") qui focalise les ondes acoustiques en un point sur l'échantillon.

Entre la lentille et l'objet, la propagation est établie par immersion de l'objet dans un fluide couplant (généralement de l'eau, mais aussi du mercure, de l'alcool...) car les ultrasons hautes fréquences sont très atténués dans l'air. Le rôle du liquide de couplage est capital, de lui dépendent, la résolution, la pénétration, et la nature des matériaux qui pourront être observés. A chaque liquide est associée une impédance acoustique et un coefficient d'absorption (Attal et Quate 1976 ; Cros *et al.* 1997). Le coefficient d'absorption du liquide influe sur la quantité de signal récupéré et son impédance acoustique détermine le coefficient de réflexion entre la lentille et le liquide, et entre le liquide et le matériau.

Le faisceau incident d'ultrasons, focalisé par la lentille dans le plan objet, repart de l'échantillon par réflexion et par transmission (figure 91).

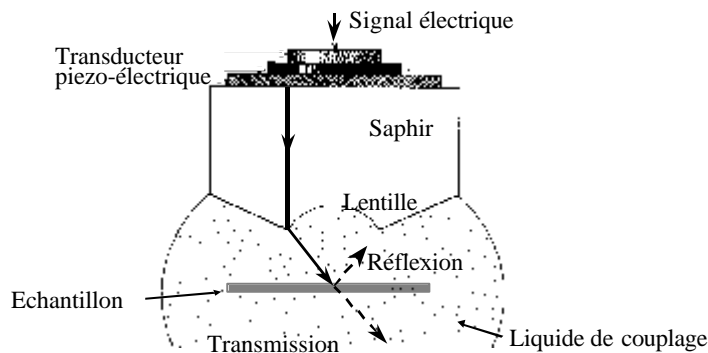


figure 91 : : schéma de principe du microscope acoustique

Les ondes réfléchies et transmises donnent chacune des informations différentes et leur capture nécessite deux types d'appareils distincts.

Les coefficients de réflexion et de transmission sont directement reliés aux impédances acoustiques du matériau et donc à ses propriétés mécaniques.

¹⁰ La résolution latérale du microscope est donnée par la relation : $R = \frac{0,61\lambda}{\sin \theta}$ où $\lambda = \frac{c}{f}$; c est la vitesse de l'onde

dans le milieu considéré (dans l'eau, $c = 1500 \text{ m.s}^{-1}$), f la fréquence de l'onde et θ le demi-angle d'ouverture de la lentille du microscope. A titre d'ordre de grandeur, pour une ouverture $\theta = 50^\circ$ en utilisant l'eau comme liquide de couplage on obtient à 15 MHz une résolution latérale de 80 μm et à 600 MHz une résolution latérale de 2 μm .

En réflexion, l'onde réfléchiée par l'échantillon est collectée par la lentille et se propage, via la ligne à retard vers le transducteur qui reconvertit l'onde acoustique en un signal électrique constituant le signal de réflexion mesuré. L'acquisition de ce signal lors d'un balayage xy, effectué par déplacement mécanique de l'échantillon par rapport au capteur, permet d'obtenir une image acoustique. On distingue en réflexion deux types d'imageries : le premier, le plus important, est "l'imagerie de surface". Les structures visualisées sont situées sur le passage des ondes se propageant à la surface ou au voisinage immédiat de la surface de l'échantillon. Le second est "l'imagerie de volume" qui exploite davantage la transparence des matériaux aux ultrasons car elle fait intervenir uniquement les ondes se propageant dans le volume. Elle permet la visualisation de structures situées plus en profondeur dans l'échantillon.

Pour un descriptif détaillé du principe et des possibilités de la microscopie acoustique en réflexion, on pourra se reporter aux mémoires de DEA *La microscopie acoustique : possibilités d'applications à la caractérisation des bois ?* (Clair 1998a, b). Nous nous attardons plus ici sur le principe en mode transmission.

En transmission, après avoir traversé la lentille au niveau du plan focal, l'onde transmise est récupérée par une lentille identique à la première (figure 92), positionnée symétriquement par rapport au point focal avant d'être acheminée par la ligne à retard pour atteindre un nouveau transducteur qui transforme l'impulsion acoustique en impulsion électrique (Broomhead 1978). A chaque point de l'échantillon étudié, correspond une atténuation et une vitesse. En balayant toute la surface à étudier, on peut constituer une image acoustique en faisant correspondre un niveau de gris à une atténuation ou une vitesse (Okawai *et al.* 1990).

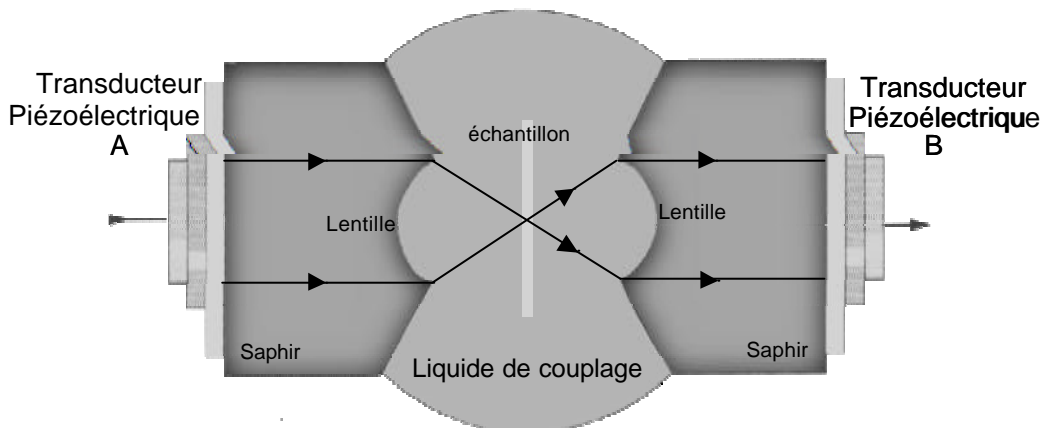


figure 92 : schéma de parcours des ondes acoustiques entre les deux transducteurs en mode transmission.

Les temps de vol et l'atténuation des ondes acoustiques, en réflexion et en transmission entre deux capteurs hautes fréquences focalisées, permettent la mesure de l'épaisseur et de la vitesse des ondes longitudinales. Pour cela plusieurs mesures sont nécessaires. Une mesure en réflexion du capteur A vers le capteur A donne le temps d'aller-retour t_{RA} (figure 93) de propagation de l'onde acoustique dans le liquide de couplage, de même avec le capteur B pour t_{RB} . Une mesure en transmission de A vers B (ou de B vers A) à travers l'échantillon donne le temps $t_{T,ech}$ et sans échantillon donne $t_{T,couplant}$. Dans le bois, cette dernière mesure pourra se faire à travers un lumen. L'épaisseur et la vitesse longitudinale sont données par les relations :

$$\text{Epaisseur} = V_{L,couplant} \times (t_{T,couplant} - 0.5 \times (t_{RA} + t_{RB}))$$

$$V_{L,ech} = \text{Epaisseur} / (t_{T,ech} - 0.5 \times (t_{RA} + t_{RB}))$$

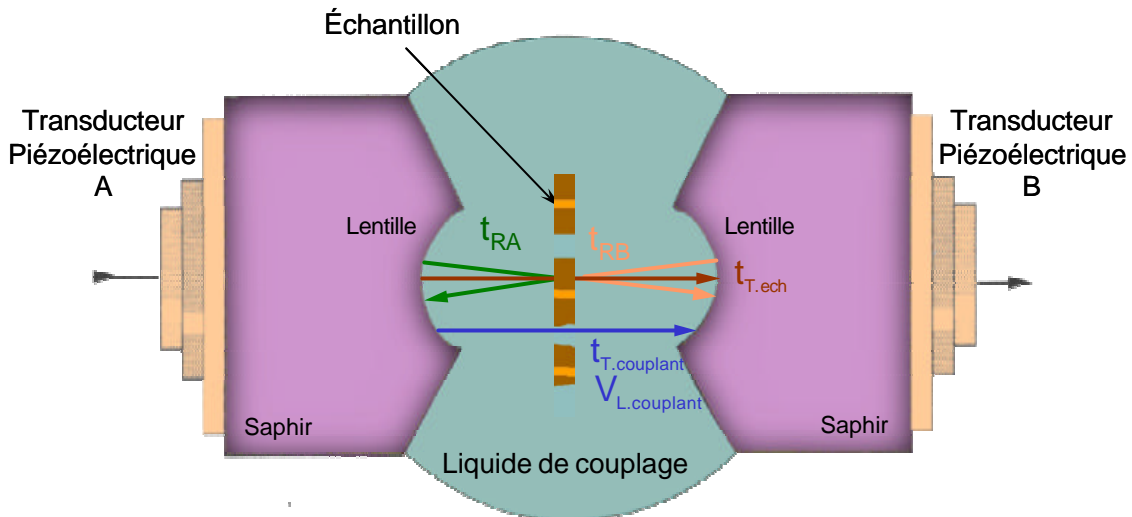


figure 93 : représentation schématique des temps de vol mesurés pour une mesure d'épaisseur et de vitesse

La vitesse de l'onde longitudinale donne une information sur les propriétés élastiques de la zone étudiée et l'atténuation sur les propriétés viscoélastiques.

1.2. Résultats en microscopie acoustique en réflexion et limites

Une seule étude a été faite sur le bois par microscopie acoustique en réflexion (Bucur *et al.* 1995). L'expérimentation, réalisée à la fréquence de 200 MHz et focalisée à approximativement 10 microns au-dessous de la surface de l'échantillon, a permis d'obtenir des images de surfaces de $5 \times 5 \text{ mm}^2$ à $50 \times 50 \text{ }\mu\text{m}^2$ avec une résolution de 6 μm .

On voit bien sur ces images acoustiques, les transitions bois initial / bois final. A une échelle plus fine, on retrouve les différents types de cellules et leur répartition dans le plan ligneux.

La suite de ce paragraphe est extraite de l'article dans : *Annals of Forest Science: "Utilisation de la microscopie acoustique pour l'étude des propriétés locales du bois : étude préliminaire de paramètres expérimentaux"* (Clair *et al.* 2000a). La numérotation des images y est déconnectée des autres paragraphes.

Pour cette étude, l'appareillage utilisé permet la capture des ondes réfléchies (microscope acoustique en mode réflexion). Dans ce mode, on obtient une image acoustique par balayage suivant le plan xy parallèle à la surface de l'échantillon à une distance z donnée. Ce type d'imagerie nécessite des matériaux d'épaisseur supérieure à la longueur d'onde d'investigation.

Lorsque le faisceau acoustique se focalise à une profondeur donnée dans l'échantillon, l'onde réfléchie suit le même chemin que l'onde incidente avant d'être récupérée par le transducteur piézo-électrique. Un système électronique permet de ne sélectionner que les ondes s'étant propagées durant un temps donc une distance correspondant à la profondeur choisie.

L'onde réfléchie et l'onde incidente sont ensuite comparées pour donner l'image en ce point. La zone choisie est dessinée point par point par déplacement de l'échantillon sur une table xy motorisée (précision du positionnement à 0,1 μm).

Pour obtenir des images de la surface de l'échantillon, on focalise l'onde acoustique au voisinage de celle-ci. L'intérêt majeur est qu'il n'y a que très peu de pertes du signal liées à la génération d'ondes de surface, la quasi-totalité du signal est réfléchi. L'onde est sensible à toutes structures ou défauts situés à moins d'une longueur d'onde acoustique sous la surface (Briggs 1992).

La microscopie acoustique en réflexion a été utilisée pour l'étude quantitative des propriétés élastiques de matériaux isotropes de forte rigidité (Saurel *et al.* 1989). Lorsqu'on défocalise légèrement le capteur, le signal de sortie V reçu par le transducteur varie en fonction de cette défocalisation. La courbe résultante, dénommée signature acoustique ou $V(z)$, présente des pseudo-oscillations dues aux interférences entre les ondes spéculaires et les ondes de surface. L'analyse de cette signature permet d'estimer directement les constantes élastiques du matériau. Lors des essais réalisés sur les bois, la porosité gêne la bonne propagation de l'onde de surface. La signature obtenue ne comprend que peu d'arches et est de faible amplitude. Celle-ci ne permet pas de déterminer de manière fiable les vitesses des ondes longitudinales et de surface.

I.2.1. Matériel végétal et paramètres explorés

Les essais ont été conduits sur des échantillons de bois prélevés sur du cyprès (*Cupressus arizonica* E. L. Greene), du peuplier (*Populus sp.*), du hêtre (*Fagus sylvatica* L.), du buis (*Buxus sempervirens* L.), du wapa (*Eperua falcata* Amsh.) et du chêne vert (*Quercus ilex* L.). Ces essences ont été choisies en raison de la diversité de leur plan ligneux (images 1, 2, 3 et 7) et afin d'obtenir une large gamme de densité. Les observations sont faites dans le plan transverse (plan RT). Le type et le mode de préparation de l'échantillon, la fréquence de l'onde ultrasonore et la nature du liquide de couplage ont été les paramètres expérimentaux explorés selon les tableau 16 et tableau 17.

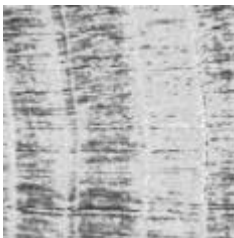
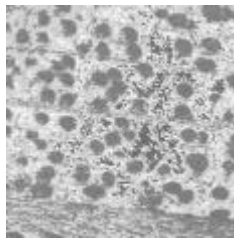
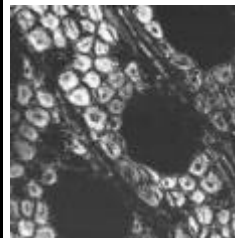
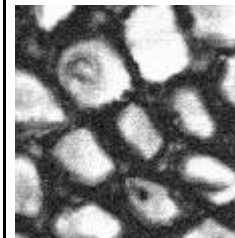
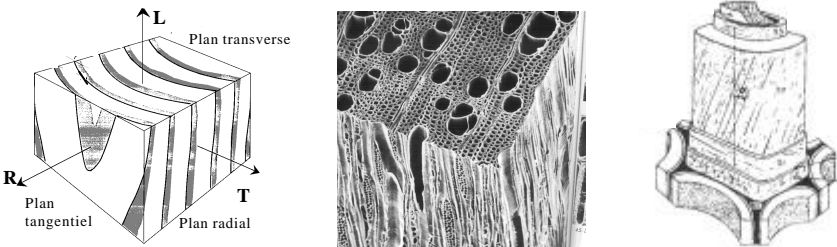
Fréquence	15 MHz	130 MHz	600 MHz	1 GHz
Résolution	80 μm	9 μm	2 μm	1,2 μm
Image acoustique	 Cyprès 5x5 mm ² (image 9)	 Hêtre 1x1 mm ² (image 10)	 Hêtre 200x200 μm^2 (image 11)	 Cyprès 100x100 μm^2 (image 12)
Echelle d'observation				

tableau 16 : récapitulatif de la résolution en fonction de la fréquence en correspondance avec l'échelle d'observation (images en réflexion).

	Eau	Éthanol	(KOH) _{aq}	(KI) _{aq}	Mercure
Atténuation	moyenne	forte	faible	faible	très faible
Adaptation d'impédance	bonne	bonne	bonne	bonne	mauvaise
Agressivité	nulle	nulle	forte	nulle ou faible	nulle
État hydrique du bois	saturé	anhydre	saturé	saturé	au choix
Facilité d'utilisation	très facile	facile	moyenne	moyenne	très difficile

tableau 17 : récapitulatif des caractéristiques des liquides de couplage (Attal et Quate 1976 ; Cros *et al.* 1997).

Diverses techniques de préparation d'échantillons ont été mises en œuvre pour optimiser la qualité des images acoustiques :

- i. Échantillons de bois massif dont la surface a été rafraîchie au microtome (coupe à température ambiante et coupe en congélation -40°C).
- ii. Coupe 60 µm entre lame et lamelle.
- iii. Coupe 60 µm collée à la glycérine sur lame de verre sans lamelle.
- iv. Coupes 3 à 9 µm après inclusion dans une résine (Technovit 7100 Kulzer, méthacrylate de méthyle, éthylène glycol diméthacrylate) étalée sur une lame de verre.
- v. Coupes 3 à 9 µm étalée sur une lame de verre après inclusion (n-butyl méthacrylate, méthacrylate de méthyle, DTT, benzoin éthyle éther (sous photo-activation)) puis dérésinée avant observation.

I.2.2. Résultats obtenus et choix des paramètres :

- i. Avec des échantillons de bois massif, la qualité de l'image acoustique est médiocre (image 4). Ceci semble provenir d'un niveau de bruit élevé dû à des réflexions multiples de l'onde acoustique dans l'échantillon.
- ii. Les coupes entre lame et lamelles sont inexplorables en microscopie acoustique. En effet, la lamelle présente entre le liquide de couplage et l'échantillon fait "écran" à l'onde acoustique qui s'y réfléchit en quasi-totalité.
- iii. Pour les coupes de 60 µm collées à la glycérine, il est, en pratique, très difficile d'assurer un collage total, homogène et sans bulle d'air ni sur-épaisseur de colle, l'état de surface reste le problème majeur pour obtenir une image de bonne qualité.
- iv. Les coupes de 3 à 9 µm après inclusion dans une résine supposent un protocole expérimental beaucoup plus lourd, mais les images obtenues sont satisfaisantes (image 5). On retrouve bien la structure géométrique du plan ligneux (images 6 et 7) avec une résolution de l'ordre de 2,5 µm. Toutefois, le signal renvoyé par la résine peut être confondu avec des zones de la paroi de même rigidité (image 8) d'où une confusion possible lors de l'interprétation.
- v. Dans le cas de l'utilisation de coupes de 5 µm dérésinées, l'absence de résine dans les lumens permet de faire apparaître le contraste entre la paroi cellulaire, de rigidité non nulle,

et le lumen qui apparaît en noir (image 13). L'interprétation est ainsi rendue plus aisée. Mais, cette résine semble mal adaptée pour certains bois (le hêtre a été très bien imprégné alors que le cyprès et le peuplier ont été peu voire pas imprégnés à une profondeur de quelques dizaines de microns au-dessous de la surface) et ceci nuit à la qualité des coupes. De plus, cette technique ne permet pas une adhésion de bonne qualité de la coupe sur la lame. Ces deux problèmes ont une influence directe sur la qualité des images acoustiques. Enfin, l'observation au microscope optique montre que l'échantillon n'est que partiellement dérésiné.

L'utilisation de coupes minces (5 μm) après inclusion dans la résine apparaît clairement comme la meilleure solution dans l'état actuel de nos investigations pour les observations à fort grossissement.

La fréquence de 15 MHz (résolution latérale de 80 μm) permet de recueillir des informations à l'échelle du cerne comme par exemple l'alternance bois initial bois final (image 9) ou des zones de bois de réaction.

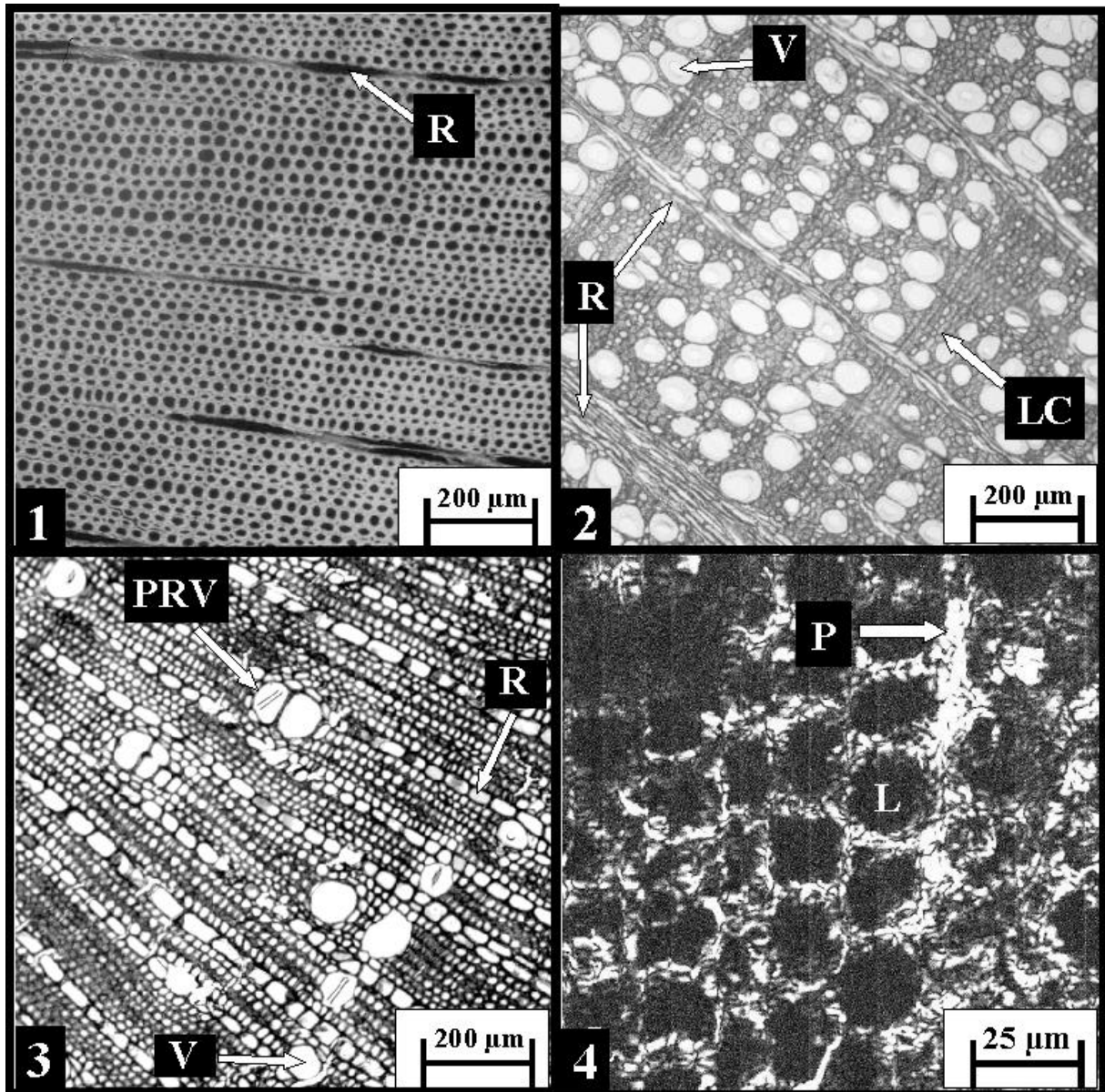
A 130 MHz (résolution latérale de 9 μm), la longueur d'onde est de 11 μm . Elle permet la caractérisation d'une plage de cellules (image 10).

A 600 MHz, la résolution latérale est de 2 μm . Certains détails de la paroi apparaissent, en particulier la lamelle mitoyenne (image 11).

A 1 GHz, la résolution théorique est de 1,2 μm . Cependant, l'atténuation étant proportionnelle au carré de la fréquence¹¹, le rapport signal sur bruit s'approche de 1. De ce fait les images obtenues sont de mauvaise qualité (image 12). Par ailleurs la recherche du plan focal est très délicate dans la mesure où la profondeur de champ est très faible, de l'ordre du μm .

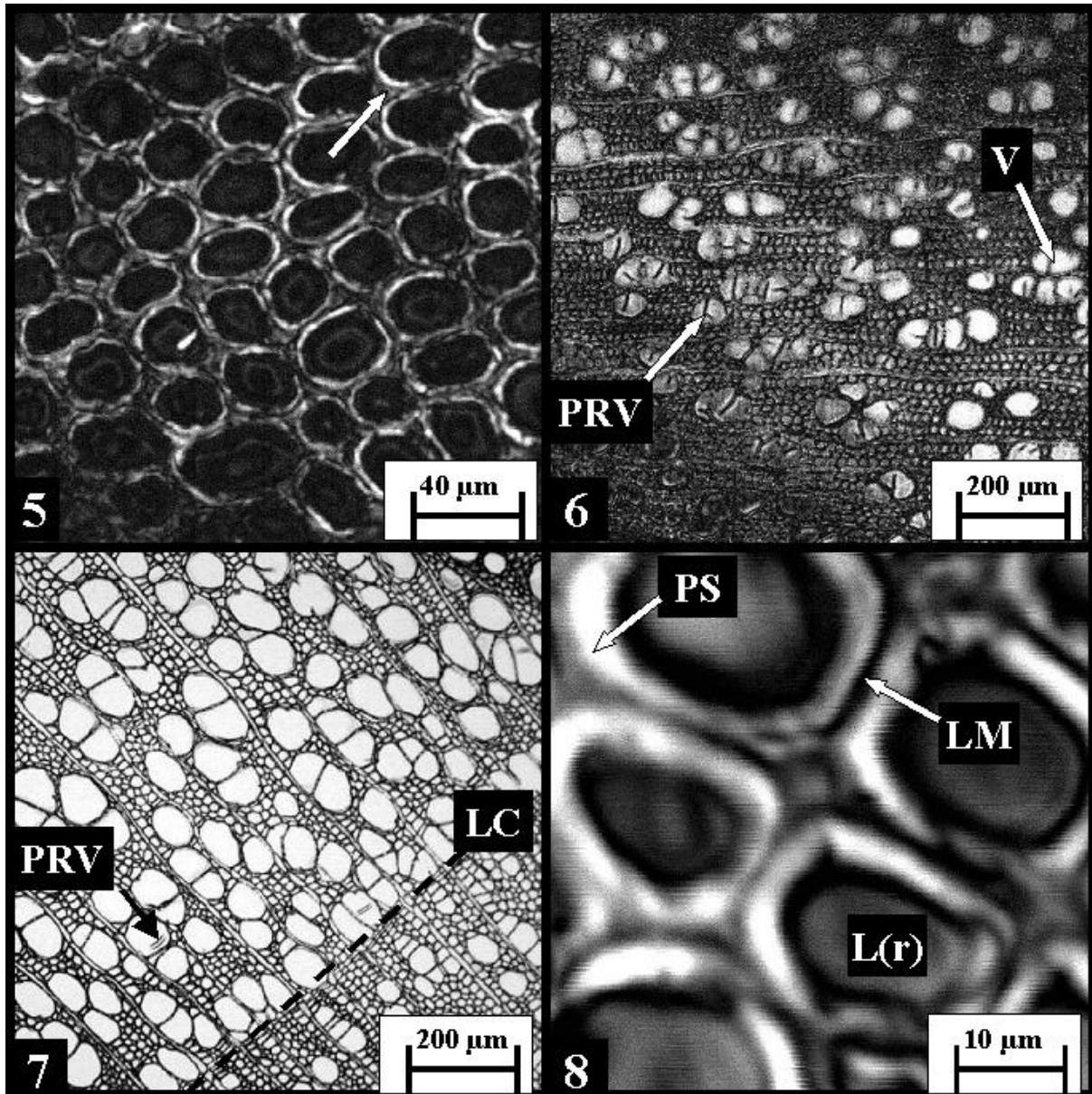
L'eau est le liquide de couplage qui offre le meilleur rapport qualité / facilité d'utilisation à 600 MHz. Pour des plus basses fréquences (15 MHz par exemple), l'éthanol est une bonne solution alors que pour les fréquences plus élevées l'utilisation de solutions d'iodure de potassium est le meilleur choix.

¹¹ Pour exemple, l'atténuation visqueuse (qui est la plus significative dans le liquide de couplage en microscopie acoustique) est donnée par la relation : $\alpha = 2 \omega^2 \eta / 3 \rho v_0^2$ avec η la viscosité en N.s.m^{-3} , v_0 la vitesse de l'onde dans le milieu, ρ la densité et $\omega = 2 \pi f$ la pulsation où f est la fréquence. Ainsi, $\alpha \propto f^2$ (Briggs 1992).



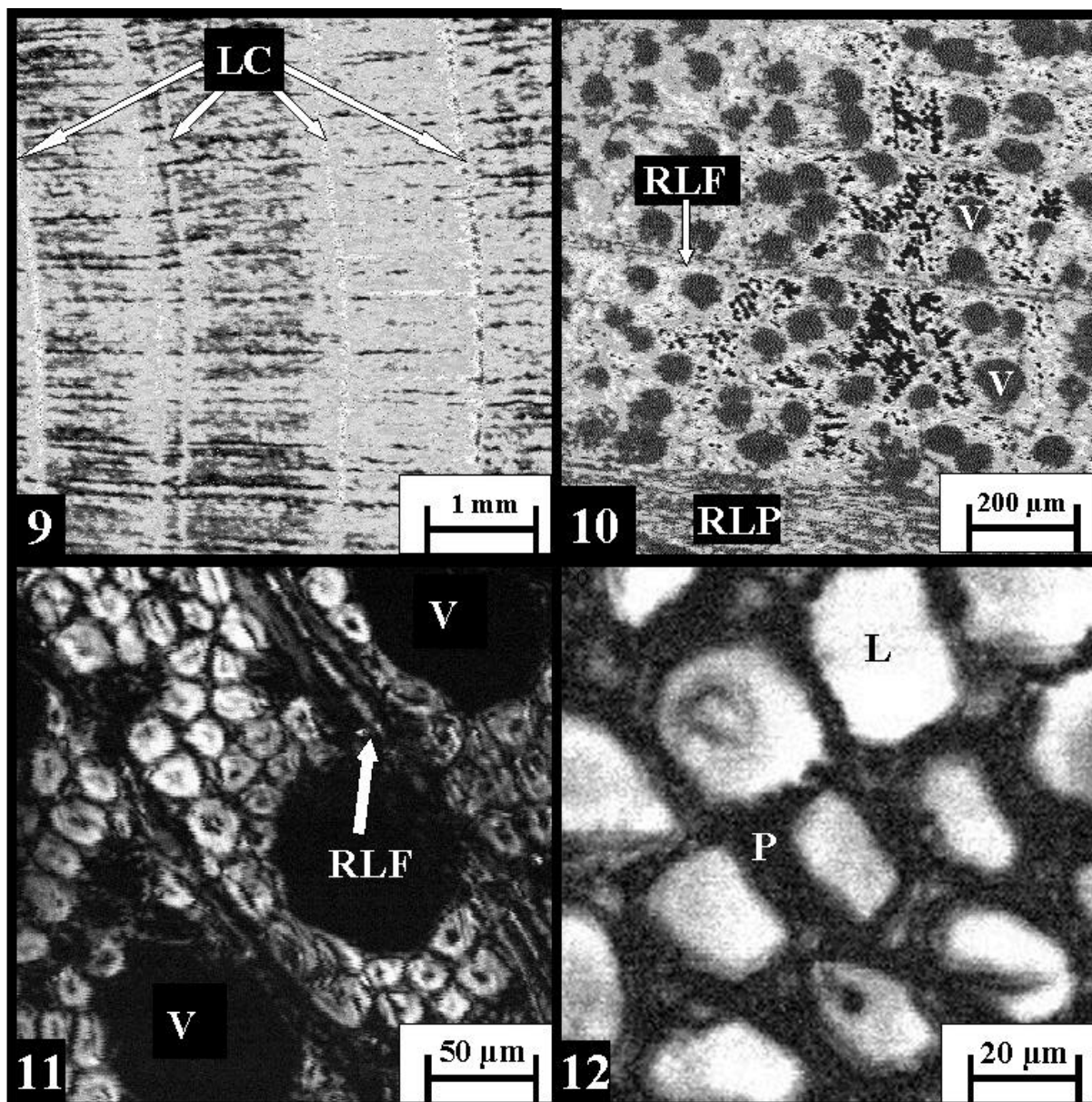
1. Plan ligneux de cyprès (microscopie optique d'une coupe de 5 μm étalée sur une lame après inclusion dans une résine, $960 \times 960 \mu\text{m}^2$) **2.** Plan ligneux de hêtre (microscopie optique d'une coupe de 5 μm étalée sur une lame après inclusion dans une résine, $960 \times 960 \mu\text{m}^2$) **3.** Plan ligneux de wapa (microscopie optique d'une coupe de 5 μm étalée sur une lame après inclusion dans une résine, $960 \times 960 \mu\text{m}^2$) **4.** Image acoustique ($120 \times 120 \mu\text{m}^2$) d'un échantillon de cyprès massif dans l'eau à 600 MHz (coupe à -40°C).

(**LC** = limite de cerne ; **R** = rayon ligneux ; **V** = vaisseaux ; **PRV** = pli de résine dans les vaisseaux ;



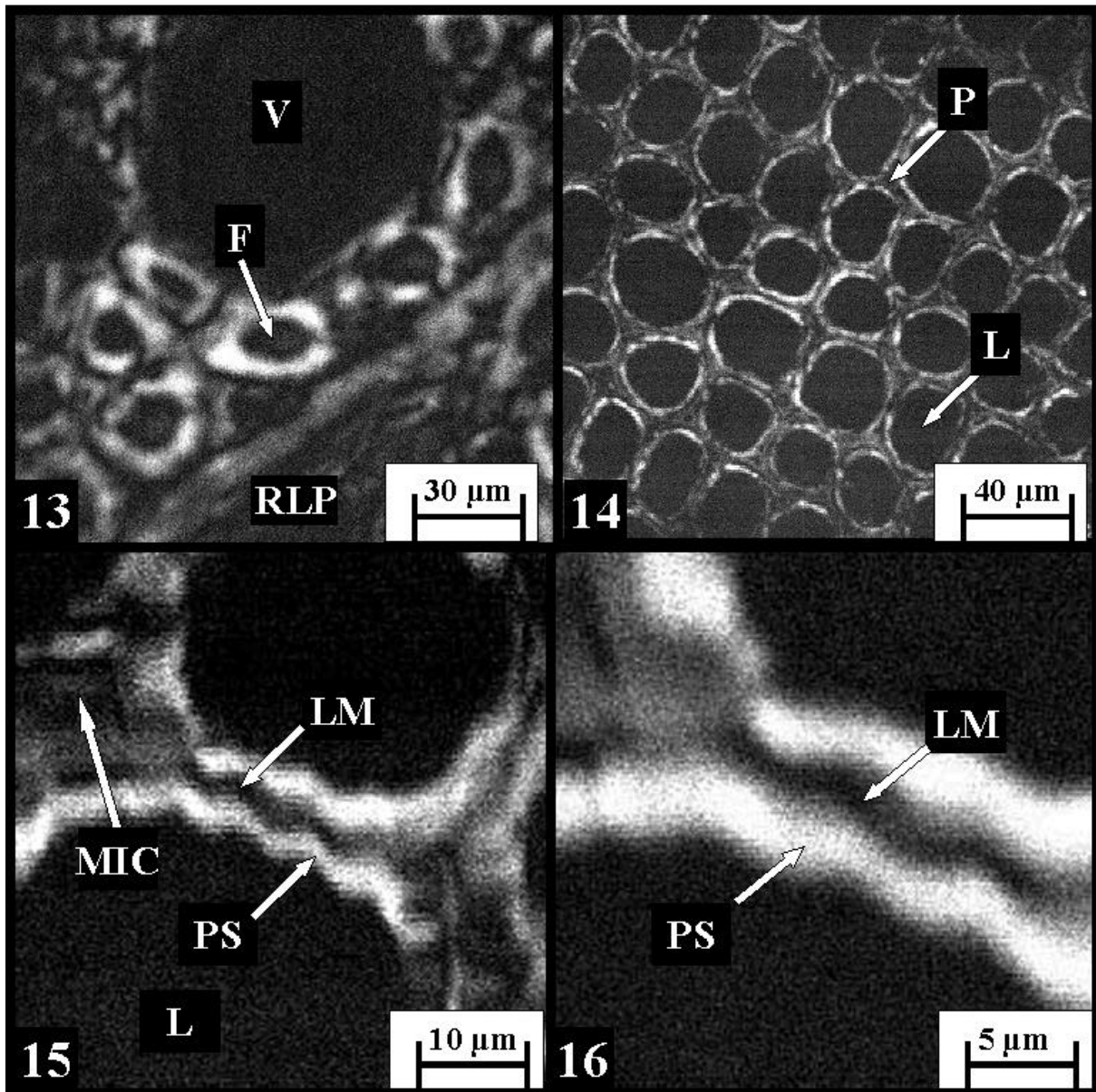
5. Image acoustique ($200 \times 200 \text{ mm}^2$) d'une coupe très mince ($5 \mu\text{m}$) de cyprès étalée sur une lame après inclusion dans une résine à base de méthacrylate. Observation dans l'eau à 600 MHz. **6.** Image acoustique ($1000 \times 1000 \mu\text{m}^2$) d'une coupe très mince ($3 \mu\text{m}$) de peuplier étalée sur lame après inclusion dans une résine à base de méthacrylate. Observation dans l'eau à 600 MHz. **7.** Image optique ($960 \times 960 \mu\text{m}^2$) d'une coupe très mince de peuplier étalée sur une lame après inclusion dans une résine à base de méthacrylate. **8.** Image acoustique ($50 \times 50 \mu\text{m}^2$) d'une coupe très mince ($5 \mu\text{m}$) de cyprès étalée sur une lame après inclusion dans une résine à base de méthacrylate. Observation à 600 MHz.

(**L** = lumen ; **LC** = limite de cerne ; **LM** = lamelle moyenne ; **L (r)** = lumen contenant de la résine ; **P** = paroi ; **PRV** = pli de résine dans les vaisseaux ; **PS** = paroi secondaire ; **V** = vaisseaux).



9. Image acoustique ($5 \times 5 \text{ mm}^2$) d'un échantillon de cyprès massif. Observation dans l'alcool à 15 MHz. **10.** Image acoustique ($1 \times 1 \text{ mm}^2$) d'un échantillon de hêtre massif. Observation dans l'alcool à 130 MHz. **11.** Image acoustique ($200 \times 200 \mu\text{m}^2$) d'un échantillon de hêtre massif. Observation dans l'eau à 600 MHz **12** Image acoustique ($100 \times 100 \mu\text{m}^2$) d'une coupe mince de cyprès. Observation dans une solution d'iodure de potassium à 1GHz.

(**LC** = limite de cerne ; **RLF** = rayon ligneux fin (1-2 sérié); **RLP** = rayon ligneux plurisérié (> 2); **V** = vaisseau ; **P** = paroi ; **L** = lumen)



13 Image acoustique ($150 \times 150 \mu\text{m}^2$) d'une coupe très mince ($5 \mu\text{m}$) de hêtre étalée sur une lame après inclusion puis dérésinée. Observation dans l'eau à 600 MHz. **14** Image acoustique ($200 \times 200 \mu\text{m}^2$) d'une coupe très mince de cyprès étalée sur une lame après inclusion dans la résine à base de méthacrylate. Observation dans l'eau à 600 MHz. **15** Image acoustique ($50 \times 50 \mu\text{m}^2$) d'une coupe très mince ($5 \mu\text{m}$) étalée sur lame après inclusion dans une résine à base de méthacrylate. Observation à 600 MHz **16** Détail image 15 ($25 \times 25 \mu\text{m}^2$)

(**F** = fibre ; **L** = lumen ; **LM** = lamelle moyenne ; **MIC** = méat inter cellulaire ; **P** = paroi ; **PS** = paroi secondaire ; **RLP** = rayon ligneux plurisériel (> 2); **V** = vaisseau)

I.2.3. Conclusion

Pour les coupes minces les images acoustiques obtenues à fort grossissement permettent l'observation de certains éléments de la paroi. Elles montrent clairement la plus forte rigidité des parois secondaires comparativement à celle des lamelles mitoyennes qui apparaissent plus sombres (images 14, 15 et 16). Ces résultats sont conformes aux résultats de la littérature (Harrington *et al.* 1998).

Cela illustre bien les possibilités d'application de la microscopie acoustique pour la caractérisation des rigidités mécaniques locales du bois. Pour quantifier ces rigidités, il faudrait étalonner les niveaux de gris en s'appuyant sur les données de la littérature et en utilisant des matériaux de référence qui auraient des rigidités proches des valeurs maximales et minimales attendues dans le bois. Ces matériaux de référence devraient être inclus et coupés avec le bois ce qui pose quelques problèmes expérimentaux.

Le microscope acoustique en réflexion ayant été essentiellement utilisé pour des matériaux à forte rigidité, quelques améliorations doivent être apportées pour l'étude des tissus d'origine biologique tels que le bois. Notamment la calibration du pouvoir réflecteur, l'amélioration des capteurs et l'installation d'un système d'amplification du signal plus puissant et plus sélectif vis-à-vis du bruit permettraient d'utiliser des capteurs de plus haute fréquence (1 à 2GHz) et donc une résolution plus fine (1,2 à 0,6 μm).

La meilleure voie d'amélioration consiste à utiliser les progrès importants en matière de nano-mécanique, d'électronique et d'informatique de traitement du signal ou du pilotage pour fabriquer un nouveau microscope acoustique en transmission destiné aux matériaux biologiques, en appréciant notamment la phase du signal (ou le retard) liée à la vitesse de propagation dans le matériau.

Plusieurs travaux réalisés il y a une vingtaine d'années (Lemons et Quate 1974 ; Attal et Lamarque 1981) avaient montré l'intérêt de cette approche en terme de qualité d'image malgré les moyens de l'époque.

I.3. Conception et réalisation d'un microscope acoustique en transmission

*Ce travail s'est déroulé en étroite collaboration avec l'équipe acoustique du LAIN (Université Montpellier 2) sous la direction de Gilles Despau. Il a été largement soutenu par les compétences de Claude Fraïsou, qui a réalisé ses stages de 2^{ème} et 3^{ème} année d'IUP "Génie Mécanique et Productique" sur le sujet. Ce paragraphe est en partie extrait de l'article paru dans les actes du 3rd Plant Biomechanics Conference (Freiburg) : "Transmission acoustic microscopy: a tool for wood microstructure studies" (Clair *et al.* 2000b).*

Ayant vu les limites des outils disponibles (microscope acoustique en réflexion), un nouveau microscope est conçu pour répondre aux exigences des matériaux biologiques tel que le bois. Les études en réflexion ayant montré la nécessité de travailler en haute fréquence et les difficultés liées à l'atténuation et à la perte des ondes de surface, ce nouveau microscope est conçu pour travailler en transmission, mais pourra aussi être utilisé en réflexion avec un des deux capteurs au choix.

Les étapes de la conception mécanique du système, le principe de l'électronique associée et les tests de validation de la mesure sont présentés en annexe (Annexe 4).

I.4. Préparation des échantillons

Etant donné la forte atténuation des ondes acoustiques dans le bois, les mesures en transmission doivent être réalisées sur des coupes fines. L'épaisseur doit être optimisée pour

laisser passer suffisamment de signal acoustique (minimiser l'épaisseur) tout en ayant un maximum de contraste entre les zones soit des différences de temps de vol suffisamment grandes donc une épaisseur suffisamment importante. Cette épaisseur optimum semble se situer autour d'une quinzaine de microns. Les coupes sont donc réalisées sur un microtome à glissière classique équipé de lames jetables.

La coupe est ensuite déposée sur le mylar et collée sur les bords. Dès les premiers essais, nous avons pu observer que l'épaisseur de mylar traversée était une gêne pour la recherche de la focale et perturbait la qualité des images. Il a donc été décidé de faire un trou (1 mm de diamètre) dans le mylar avant de coller la coupe. L'onde acoustique ne traverse donc plus que le bois.

1.5. Premiers résultats sur le bois

Des premiers essais ont été réalisés sur du bois normal de hêtre. Des coupes de 12 μm d'épaisseur ont été étudiées en transmission à 600 MHz. Le microscope permet l'obtention de 3 types d'images. Sur l'image de temps de vol (figure 94-b), les niveaux de gris sont inversement proportionnels aux vitesses de propagation des ondes longitudinales dans les différentes couches de la paroi cellulaire. L'image de phase (figure 94-c) est aussi une image de vitesse (à une rotation de phase près) mais dont la précision est bien supérieure (cf. essais sur la grille). Ces vitesses sont directement liées aux caractéristiques mécaniques des couches de la paroi. Ces images permettent d'avoir des premiers résultats qualitatifs dans l'attente de mesures quantitatives à court terme. Nous observons déjà une vitesse des ondes longitudinales supérieure dans la couche S_2 par rapport à la lamelle mitoyenne. Ce qui correspond à une plus forte rigidité de la S_2 . L'image d'atténuation (figure 94-a) nous donne une information sur les propriétés viscoélastiques du matériau. Cette information restera dans un premier temps qualitative. Les niveaux de gris sont inversement proportionnels aux atténuations des ondes dans les couches de la paroi. Il apparaît que la lamelle mitoyenne est plus atténuante que la couche S_2 .

Ces premiers résultats permettent d'espérer à court terme une mesure quantitative des propriétés élastiques des couches de la paroi cellulaire *in situ*.

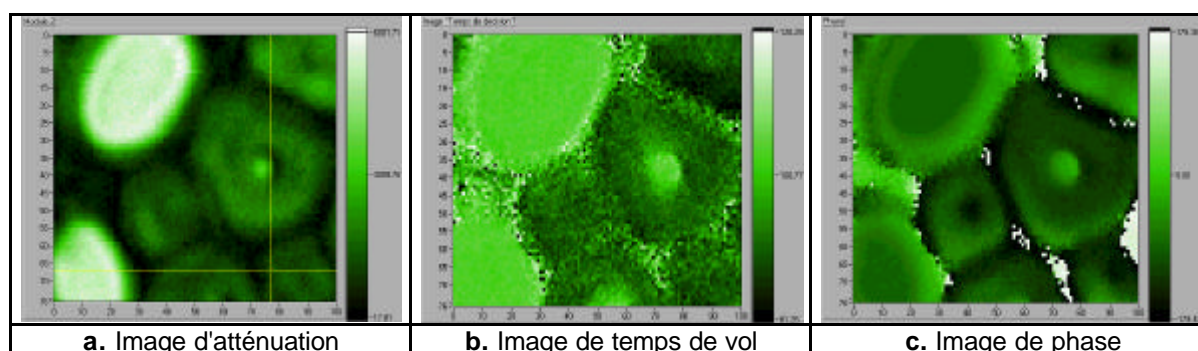


figure 94 : Images acoustiques en transmission d'une coupe de bois de hêtre (40 x 30 μm^2)

La progression du projet est à ce jour retardée par la nécessité de disposer de nouveaux capteurs spécifiquement dédiés au microscope en transmission (faible angle d'ouverture). La conception de ces capteurs au sein de l'équipe partenaire se heurte à des difficultés technologiques, notamment pour la réalisation du dioptre et son alignement avec la contre-électrode piézo-électrique. Il est important de souligner ici la difficulté de produire de tels capteurs haute-fréquence, depuis le dépôt de la couche piézoélectrique (de quelques microns d'épaisseur par 300 μm de diamètre) sur une extrémité du saphir jusqu'à l'usinage du dioptre (diamètre 300 μm , profondeur 100 μm) à l'autre extrémité et son polissage. De la qualité des

capteurs dépend la quantité de signal qui pourra être émis et récupéré, ainsi que la résolution. Notamment, plus la puissance est élevée et les pertes faibles, plus on peut travailler sur des coupes épaisses, ce qui augmente les contrastes et minimise l'erreur sur les mesures.

En revanche, les avancées en terme de traitement du signal analogique et surtout numérique ont été particulièrement intéressante et permettent d'envisager une précision de mesure qui dépasse les attentes initiales.

1.6. Conclusion

L'utilisation de la microscopie acoustique en vue de caractériser les propriétés mécaniques à l'échelle microscopique du bois présente un intérêt évident pour la compréhension des propriétés mécanophysiques macroscopiques.

Pour les coupes minces les images acoustiques en réflexion obtenues à fort grossissement permettent l'observation de certains éléments de la paroi. Elles montrent clairement la plus forte rigidité des parois secondaires comparativement à celle des lamelles mitoyennes qui apparaissent plus sombres. Cela illustre bien les possibilités d'application de la microscopie acoustique pour la caractérisation des rigidités mécaniques locales du bois. Pour quantifier ces rigidités nous avons donc été amenés à développer un nouveau microscope en transmission travaillant en très haute fréquence.

Grâce aux récents progrès en matière de micro-mécanique et plus particulièrement dans le pilotage logiciel de ces asservissements il a été possible de concevoir une mécanique n'intervenant pas de manière prépondérante dans l'erreur de mesure. D'autre part, les avancées importantes dans le domaine du traitement du signal numérique, de l'électronique analogique et numérique associées à une grande puissance de calcul ont rendu possible le traitement d'une grande quantité d'informations pour la réalisation d'images de phase, de temps de vol et d'amplitudes directement liés aux propriétés élastiques et visco-élastiques des matériaux. Ce nouveau microscope est opérationnel depuis peu de temps. Des validations sont en cours de réalisation et les premières images obtenues sont très prometteuses.

II. MICROSCOPIE A MODULATION DE FORCE

Cette partie du travail a été réalisée en collaboration avec Richard Arinero et Gérard Lévègue du Laboratoire d'Analyse des Interfaces et de Nanophysique et Michel Ramonda du Service Commun de Microscopie en Champ Proche de l'Université Montpellier II.

Les résultats de ce paragraphe ont fait l'objet d'une présentation au Forum des Microscopies à Sonde Locale (Arinero et al. 2001).

Les microscopies à sonde locale sont apparues au début des années 1980 avec le développement par Binnig et Rohrer du microscope par effet tunnel (STM) (Binnig *et al.* 1982).

Depuis, de nombreuses autres microscopies sont apparues : la microscopie de force atomique (AFM) (Binnig *et al.* 1986) et les nombreuses techniques dérivées, microscopie de force de friction, microscopie de force magnétique, etc.

Ces microscopies ont pris une importance de plus en plus grande en science des matériaux. Cet essor est dû à la capacité de ces techniques à imager des surfaces depuis l'échelle micrométrique jusqu'à l'échelle moléculaire ou atomique. Mais leur succès est surtout lié à leur capacité à mesurer et imager à l'échelle nanométrique des propriétés qui ne peuvent l'être par d'autres techniques. Ainsi, la microscopie de force atomique permet de mettre en évidence de nombreuses propriétés locales telles que les propriétés élastiques et viscoélastiques, les propriétés d'adhésion, la composition chimique ou les charges électrostatiques.

Dans cette étude, le levier du microscope AFM est utilisé comme un résonateur dont les conditions de résonance sont fonction de son interaction avec le milieu étudié. Elle permet de réaliser une cartographie des propriétés élastiques de surface et permettra à terme une détermination quantitative des modules d'Young, grâce à une modélisation basée sur la mécanique du contact et sur un modèle élastique non-adhésif issu de la théorie de Hertz.

Cette méthode est bien adaptée à l'étude de la paroi cellulaire du bois, dont les dimensions des couches à analyser sont en bon accord avec les résolutions accessibles.

Cette étude peut faire penser aux travaux de nanoindentation dans la paroi cellulaire du bois réalisés par Wimmer (Wimmer et Lucas 1997 ; Wimmer *et al.* 1997). Pourtant, ici il ne s'agit pas d'un essai d'indentation avec mesures de charge et déplacement mais d'une mesure "vibratoire" par simple contact. Nous cherchons au contraire à minimiser l'indentation pour s'affranchir de tous les problèmes d'interprétation que pose la pénétration d'une pointe dans un matériau composite fibreux orienté.

II.1. Méthode de la mesure

II.1.1. Principe

L'appareil utilisé est un AFM commercial (Digital Instruments Nanoscope 3100). Nous travaillons en mode contact, c'est à dire que la pointe solidaire du levier est mise au contact de l'échantillon (figure 95). Le levier utilisé est choisi pour sa faible raideur ($k = 0,67$ N/m, fréquence libre 70 kHz). Sa géométrie est décrite par sa longueur (130 μm), sa largeur (35 μm) et son épaisseur (1 μm). La pointe mesure environ 15 μm et le rayon de courbure à l'extrémité est de l'ordre de 15 nm. Le levier et la pointe sont en silicium cristallin.

La force d'interaction entre la pointe et l'échantillon est répulsive et entraîne une flexion statique du levier. On détecte cette flexion grâce à un faisceau laser qui vient se réfléchir sur le dos du levier avant d'être reçu par des photodiodes. La différence d'éclairement des photodiodes est linéairement corrélée à la flexion. Tout d'abord, ce dispositif permet de faire des images de topographie de la surface. Pour cela, on impose au système de maintenir la flexion constante. C'est à dire que lorsque la pointe rencontre un accident dû au relief, le tube piézoélectrique, réajuste la position du levier par rapport à l'échantillon afin de garder la flexion constante (boucle de contre-réaction). Les mouvements du piézoélectrique sont enregistrés durant le balayage sur toute la surface d'investigation pour donner un relevé topographique.

Parallèlement, un signal périodique sinusoïdal est appliqué sur un porte-échantillon métallique, isolé de la masse du bâti. Le levier étant relié à la masse, il se crée entre le levier et le porte-échantillon une différence de potentiel et l'ensemble se comporte comme un condensateur dont les armatures, le levier et le porte-échantillon, sont séparés par un milieu diélectrique : l'échantillon. La force qui s'exerce sur le levier est de nature électrostatique (on parle de pression électrostatique). Le levier oscille à la fréquence imposée (plusieurs centaines de kilohertz) avec une amplitude très faible (inférieure au nm).

La fréquence d'oscillation du levier étant très supérieure à celle de la boucle de contre-réaction, l'information topographique peut être séparée des variations locales de propriétés et les deux types d'informations peuvent être collectés simultanément.

L'oscillation du levier est traitée de deux façons. D'abord, on réalise un balayage en fréquence et on enregistre le spectre de résonance au contact. En considérant que le contact peut être assimilé à un ressort, la fréquence de résonance est reliée à la raideur du contact via le principe fondamental de la dynamique. L'utilisation de la théorie du contact de Hertz permet alors, par un calcul numérique inspiré du modèle de Yamanaka (Yamanaka et Nakano 1998), une estimation du module d'Young du point sur lequel a été réalisée l'acquisition. Le deuxième aspect de notre étude concerne la réalisation d'une cartographie des propriétés de surface. A partir des spectres réalisés sur les zones de rigidités différentes du matériau, on choisit une fréquence pour laquelle la variation d'amplitude est optimale et permet de générer du contraste. Les images "d'élasticité" correspondent donc à un enregistrement de l'amplitude d'oscillation du levier sur une zone de l'échantillon à une fréquence donnée.

Le développement de cette technique expérimentale ainsi que la modélisation numérique nécessaire à l'obtention du module d'Young font l'objet du travail de thèse de Richard Arinero.

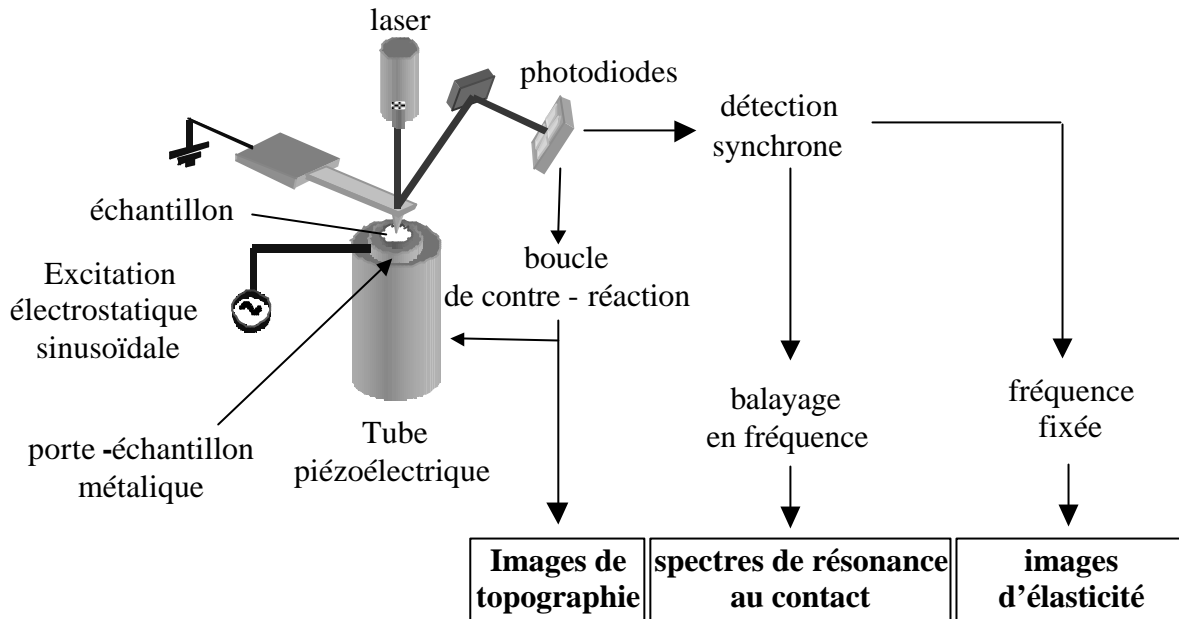


figure 95 : schéma de principe du microscope à force atomique

II.1.2. Théorie (d'après Yamanaka et Nakano 1998)

Rappelons brièvement la théorie de la vibration du levier au contact de l'échantillon.

L'équation de mouvement du levier est la suivante : $\frac{d^2 z}{dt^2} + \frac{Eh^2}{12r} \frac{d^4 z}{dx^4} = 0$ (49)

E est le module d'Young du levier, ρ est la densité et h l'épaisseur du levier. x est la coordonnée suivant la direction longitudinale du levier et $z(x)$ représente la déflexion (figure 96).

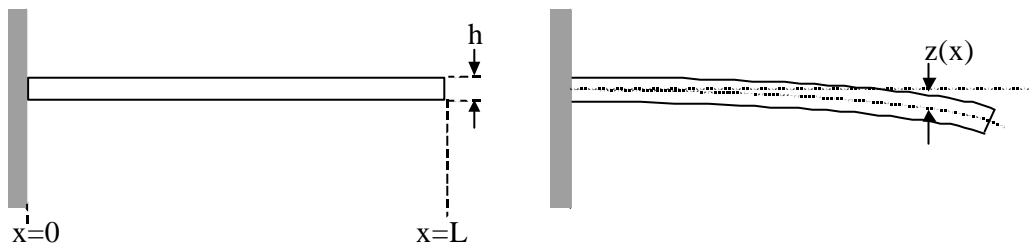


figure 96 : schématisation de la flexion du levier

Considérons maintenant les conditions aux limites:

pour $x=0$, $z(0)=0$ et $\frac{dz}{dx}=0$

pour $x=L$ (L longueur du levier), $\frac{Ewh^3}{12} \frac{d^3 z}{dx^3} = sz$ (50)

Où w est la largeur du levier et s est la raideur de contact (c'est à dire le gradient de force dû à l'interaction pointe-échantillon).

La partie gauche de l'équation 50 est la force de cisaillement du levier et la partie droite correspond à la force de réaction correspondant à l'interaction pointe-échantillon.

La résolution de l'équation 49 à l'aide de l'équation 50 permet d'aboutir à l'équation:

$$s = \left(\frac{k}{3}\right) \frac{\alpha^3 (1 + \cos \alpha \cosh \alpha)}{\cos \alpha \sinh \alpha - \sin \alpha \cosh \alpha} \quad (51)$$

$$\text{avec } \alpha = \left(\frac{48 p^2 r L^4}{E h^2}\right)^{1/4} f^{1/2} \quad \text{et} \quad k = \frac{E w h^3}{4 L^3}$$

α est appelé constante fréquentielle, k est la constante de raideur du levier et f la fréquence de résonance au contact.

La figure 97 donne une représentation de f pour les premiers modes de vibration (harmoniques) en fonction du rapport entre la raideur du levier k et la raideur de contact s . Ces résultats sont obtenus par résolution numérique de l'équation (51).

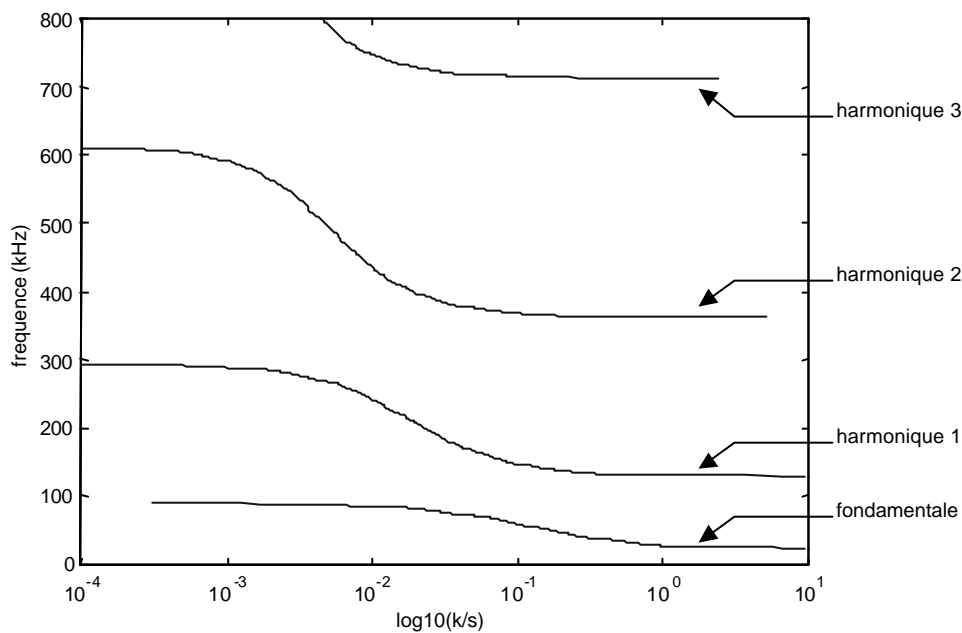


figure 97 : fréquence de vibration de la fondamentale et des harmoniques 1, 2 et 3 en fonction de la raideur du contact.

La mesure du module d'élasticité de l'échantillon peut en théorie se faire de la façon suivante:

Premièrement, la fréquence de résonance au contact f est mesurée, permettant ainsi de déterminer α et donc de calculer la raideur de contact s .

Par la suite, à partir de la théorie du contact de Hertz, on peut obtenir le module d'élasticité effectif du contact:

$$E^* = s^{3/2} \left(\frac{2}{3}\right)^{3/2} F^{-3/2} R^{-1/2} \quad (52)$$

avec R rayon de courbure de la pointe et F la force normale.

Le module effectif E^* étant d'autre part relié aux modules d'Young et aux coefficients de Poisson de la pointe et de l'échantillon, on peut, connaissant $E_{\text{pointe}} = 169 \text{ GPa}$, $\nu_{\text{pointe}} = 0,217$ et

v_{ech} , remonter au module d'Young de l'échantillon ayant obtenu E^* à partir de l'équation (4), grâce à l'équation (53).

$$E^* = \frac{4}{3} \left(\frac{1-n_{pointe}^2}{E_{pointe}} + \frac{1-n_{ech}^2}{E_{ech}} \right)^{-1} \quad (53)$$

Cette modélisation présente ses limites mais donne déjà un bon ordre de grandeur des modules des matériaux observés. Une modélisation par éléments finis du contact pointe échantillon est en cours en vue de quantifier l'erreur réalisée par cette approche.

II.1.3. Matériel végétal et préparation des échantillons

Les essais ont été réalisés sur du bois de chêne dans une zone comportant des fibres à paroi gélatineuse. Le chêne a été choisi car les parois des cellules y sont épaisses et la couche G a tendance à remplir totalement le lumen. Ainsi, les risques, pour la pointe, de "tomber" dans un trou (lumen) sont minimisés. Cette précaution est importante pour conserver l'état de la pointe qui se détériore rapidement lorsque la topographie de l'échantillon est trop accidentée. La détérioration de la pointe a un impact important sur la mesure puisque cela modifie sa surface de contact avec le matériau.

Les échantillons avaient la particularité d'avoir à la fois, une épaisse couche G, une large couche S_2 et une large couche S_1 permettant de bien les différencier.

La principale difficulté pour la préparation des échantillons réside dans le collage de l'échantillon sur le support (disque d'inox de 1 mm d'épaisseur et de 1,5 cm de diamètre).

Le collage devant être rigide, l'utilisation du scotch double face est exclue. Il est donc utilisé de la colle cyanoacrylate (Super Glue[®] 3) sous la forme gel.

L'ensemble de la préparation est réalisé sous une binoculaire.

- Un échantillon cubique d'un peu moins d'un mm^3 est débité.
- Un point de colle ($\sim 0,1 mm^3$) est déposé sur la lame de verre avec la pointe d'une pince
- Le point de colle est étalé avec la pince pour couvrir environ $1 mm^2$ sur une dizaine de microns d'épaisseur
- L'échantillon est positionné sur le dépôt de colle et maintenu quelques secondes avec une légère pression.
- Les quatre faces de l'échantillon sont recoupées pour donner la forme définitive (une forme pas trop régulière permettra un repérage plus facile sur l'échantillon)
- Un état de surface final est donné à la face supérieure avec une lame jetable de microtome neuve, en veillant à être bien parallèle à la surface de la lame de verre.

L'état de surface final doit être impeccable ; en cas de défaut de planéité à la surface de l'échantillon, le relief modifierait la surface de contact entre pointe et échantillon et donc fausserait la mesure de rigidité qui tient compte de l'aire de contact (c'est ce que nous observons dans le "pli" de la couche G sur la cellule en haut à gauche figure 103).

Des observations ont été réalisées afin d'évaluer la profondeur de pénétration de la colle. Deux échantillons de $\sim 100 \mu m$ d'épaisseur sont collés sur une goutte de colle, l'un avant étalement de la goutte, l'autre après. Les échantillons sont ensuite fendus perpendiculairement à la surface de collage pour observer la pénétration de la colle à l'intérieur de l'échantillon.

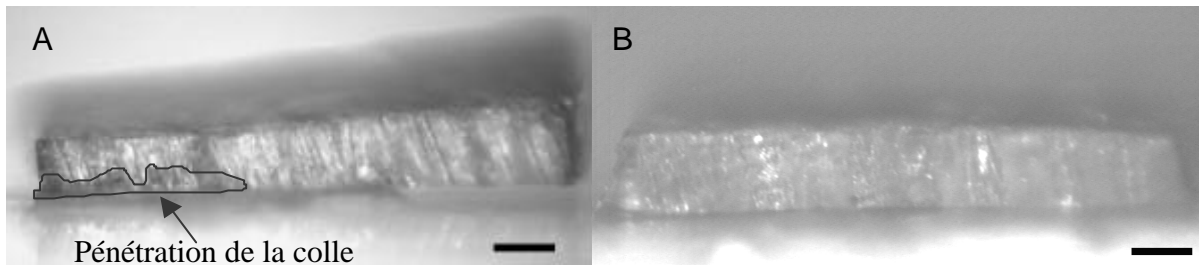


figure 98 : évaluation de la profondeur de pénétration de la colle en fonction du type de collage : sans (A) ou avec (B) étalement de la goutte de colle (barre d'échelle = 100 μm).

Alors que la pénétration de colle est visible sur l'échantillon collé sans étalement, celle-ci n'est pas visible avec la seconde préparation. Dans le premier type de préparation, la profondeur de pénétration peut être évaluée à une cinquantaine de microns, dans le second, à moins d'une dizaine.

II.2. Résultats – discussion

Les courbes d'amplitude de résonance en fonction de la fréquence ont été enregistrées en 12 points de la paroi d'une fibre (4 points sur la couche G, 4 sur la S_2 , 2 sur la S_1 et 2 sur la lamelle mitoyenne). Les pics de résonances sont présentés sur la figure 99.

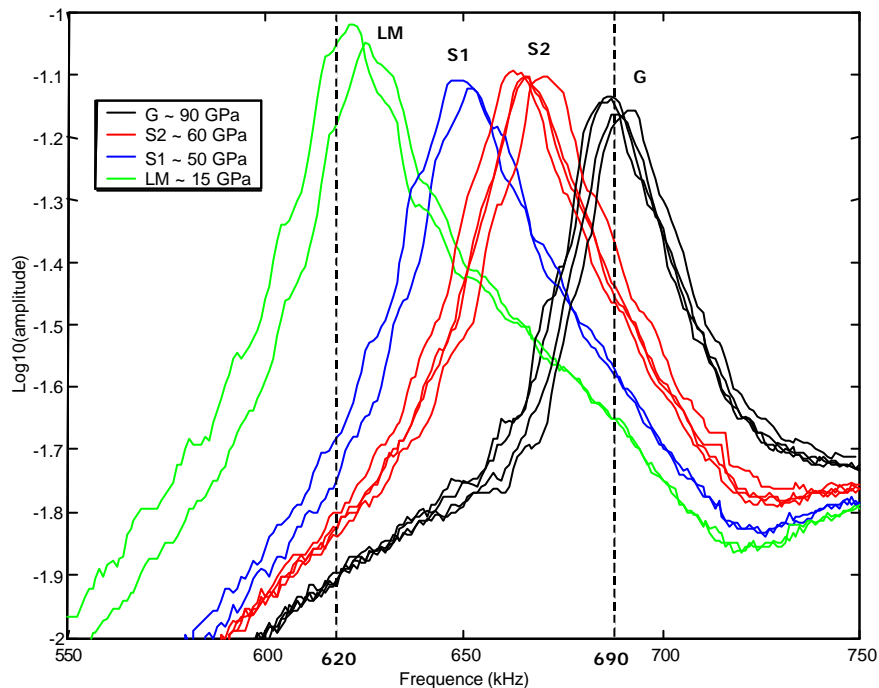


figure 99 : spectres de résonance sur les différentes couches de la paroi cellulaire

On remarque une bonne homogénéité des fréquences de résonance au sein d'une couche d'une cellule avec une dérive vers des valeurs plus hautes de fréquence quand on part des couches externes vers les couches internes (LM vers G). Ceci donne dans un premier temps une information qualitative sur les rigidités : la couche G étant la plus rigide et la lamelle mitoyenne la moins rigide avec entre les deux, la couche S_2 plus rigide que la couche S_1 . Ceci est conforme à ce que l'on attend vu la proportion de cellulose et de l'angle des microfibrilles dans ces différentes couches.

Connaissant le rayon de courbure de la pointe et les caractéristiques géométriques et mécaniques du levier, on peut faire correspondre à une fréquence de résonance une rigidité pour la couche observée si l'on connaît la force appliquée.

La force appliquée est la somme de trois composantes ; deux termes constants : la force de flexion du levier (puisque'on travaille à "flexion constante" non nulle) et la force d'adhésion (capillarité) et un terme sinusoïdal : la force électrostatique issue de la tension sinusoïdale appliquée au porte-échantillon.

La force de capillarité est généralement supposée grande devant la force de flexion du levier. Elle est approximativement de l'ordre de grandeur du rayon de courbure de la pointe qu'on suppose de 20 nm pendant l'expérience.

La force électrostatique dépend de l'épaisseur de l'échantillon (que nous avons mesuré par focalisation optique égale à 540 μm) et de la constante diélectrique du matériau traversé.

Plusieurs études ont porté sur les propriétés diélectriques du bois, nous retiendrons notamment les travaux de Norimoto (Norimoto 1976 ; Norimoto *et al.* 1978) et la synthèse de Torgovnicov (Torgovnikov 1993) dans lesquelles nous retrouvons les résultats suivants :

Constantes diélectriques de la cellulose (//): $\epsilon_r = 6,4$ à 1000 kHz et 6,8 à 100 kHz.

Constantes diélectriques de la lignine $\epsilon_r = 3,96$ à 1000 kHz et 4,06 à 100 kHz.

Norimoto en déduit par un modèle, la constante diélectrique de la paroi cellulaire (S_2) parallèle et perpendiculaire aux microfibrilles ($\epsilon_{r//} = 5.3$ et $\epsilon_{r\perp} = 4,8$) et donne pour un angle des microfibrilles de 13° une constante diélectrique pour la matière ligneuse de 5,2 suivant L et 4,7 suivant R ou T.

Ces résultats nous permettent de donner de bons ordres de grandeur des constantes diélectriques autour de la fréquence de travail (650 kHz) suivant L dans les différentes couches : G : $\epsilon_r = 6,4$; S_2 : $\epsilon_r = 5,2$; S_1 : $\epsilon_r = 4,6$; LM : $\epsilon_r = 4,0$. dans les lumens, la constante diélectrique de l'air est $\epsilon_r = 1,0$.

La force étant appliquée sur toute la longueur du levier (100 μm), il passe au-dessus de 8 à 10 cellules. On ne s'intéresse donc pas à la constante diélectrique de telle ou telle couche mais à la constante diélectrique moyenne ou macroscopique de l'échantillon.

Les éléments étant en parallèle, on peut faire la moyenne pondérée des constantes diélectriques (Norimoto *et al.* 1978) :

$$\epsilon_{r \text{ macro}} = x_G \epsilon_{rG} + x_{S2} \epsilon_{rS2} + x_{S1} \epsilon_{rS1} + x_{S1} \epsilon_{rS1} + x_{\text{lumen}} \epsilon_{r \text{ air}}$$

avec $x_G = 0,47$; $x_{S2} = 0,34$; $x_{S1} = 0,14$; $x_{LM} = 0,05$ et $x_{\text{lumen}} = 0,01$ (calculé d'après une image de la zone observée).

Ainsi, $\epsilon_{r \text{ macro}} = 5,6$.

Le calcul de la force électrostatique (de l'ordre de 0,1 nN) montre que celle-ci est finalement négligeable devant les forces statiques.

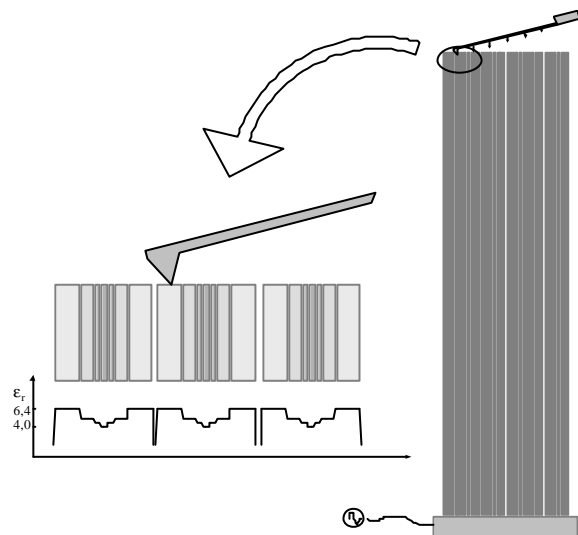


figure 100 : A droite : dessin à l'échelle du levier sur une portion d'échantillon. A gauche : zoom sur la portion entouré avec en dessous une schématisation des constantes diélectriques des différentes couches.

Dans ces conditions, le calcul réalisé nous donne les modules de rigidité des différentes couches : LM ~ 15 GPa ; S1 ~ 50 GPa ; S2 ~ 60 GPa ; G ~ 90 GPa. Même si l'on attendait des valeurs plus faibles pour S_1 (20 GPa) et plus fortes pour G (cellulose cristalline ~ 134 GPa et cellulose amorphe ~ 110 GPa), ces résultats sont dans le bon ordre de grandeur de ce qui est attendu d'après la modélisation (Harrington *et al.* 1998 ; Watanabe et Norimoto 2000).

Ces valeurs sont tout de même à considérer avec précaution, il semblerait en effet, d'après l'étude des courbes de force à l'approche de la pointe sur l'échantillon, que dans le cas du bois, les forces de capillarité soient faibles (probablement lié à la nature très hydrophile de la paroi). Dans ce cas, la force de flexion ne serait plus négligeable.

Ces résultats n'ont pas pu être confirmés par des mesures sur des échantillons étalons car nous sommes encore aujourd'hui à la recherche de matériaux homogènes pour lesquels les propriétés nanoscopiques seraient comparables aux propriétés mesurées macroscopiquement. Ces matériaux doivent être à la fois, homogène (excluant la plupart des polymères), diélectriques (excluant les métaux) et de rigidités comparables à celle de la matière ligneuse et notamment de rigidité inférieure à la rigidité de la pointe (Silicium). Des collaborations sont en cours avec le Laboratoire des Verres de l'Université Montpellier 2.

Après obtention des spectres de résonance des différentes couches (figure 99), deux fréquences ont été choisies pour faire des images de l'amplitude de vibration du levier (le principe d'acquisition des images est schématisé sur la figure 101). Afin d'optimiser les contrastes, la première fréquence choisie correspond à la fréquence de résonance de la couche de plus faible rigidité (620 kHz) (figure 102). Sur cette image, les zones les moins rigides sont plus sombres et les zones plus rigides sont plus claires. Une seconde image est réalisée à la fréquence de résonance de la couche la plus rigide (690 kHz) (figure 103). Les contrastes sont alors inversés par rapport à la première image.

Ces images montrent un fort contraste entre les couches de la paroi cellulaire. Chaque couche est donc caractérisée par une rigidité propre. On peut noter cependant que sur deux cellules adjacentes, les modules d'une même couche peuvent être très différents. Ainsi, sur les deux images, on trouve une rigidité comparable entre la couche S_2 de la cellule du bas et la couche S_1 de la cellule du haut. De même, la couche S_2 de la cellule du haut semble être de rigidité plus élevée que la S_2 de la cellule du bas. Il est important de préciser que les spectres en fréquence ayant permis une quantification des rigidités ont tous été réalisés sur la ligne horizontale en pointillé représentée sur la figure 102.

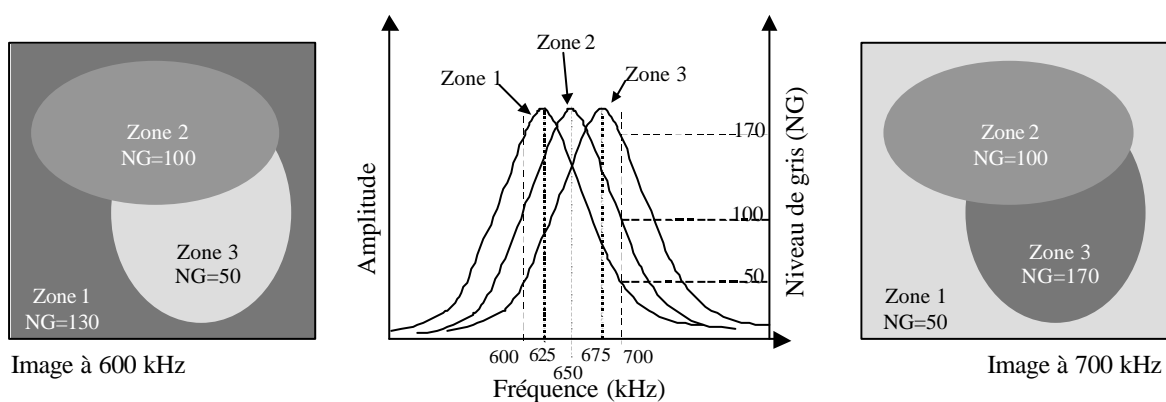


figure 101 : principe d'acquisition d'une image d'amplitude pour une fréquence donnée.

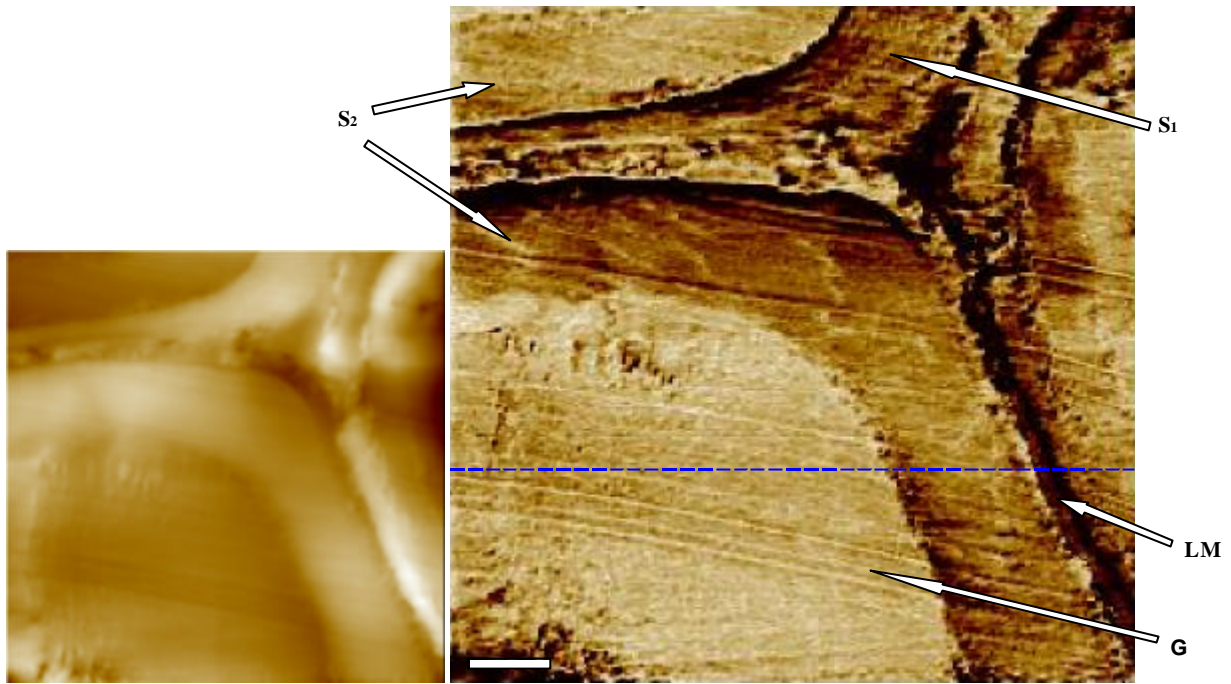


figure 102 : Image topographique (300 nm en z) et image d'élasticité des couches de la paroi cellulaire de chêne à 620 kHz (barre d'échelle = 1 μ m)

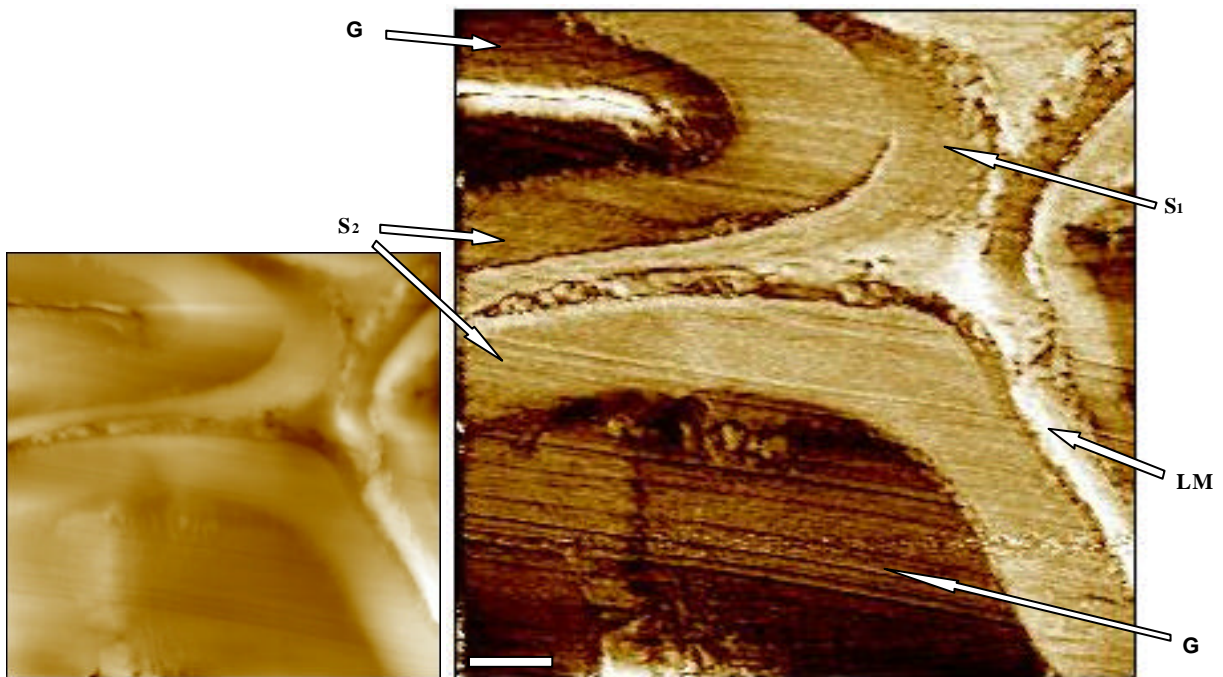


figure 103 : Image topographique (300 nm en z) et image d'élasticité des couches de la paroi cellulaire de chêne à 690 kHz (barre d'échelle = 1 μ m)

II.3. Conclusion

Cette étude permet de montrer la possibilité d'utiliser la microscopie à modulation de force pour étudier les propriétés physicomécaniques à l'échelle des couches de la paroi cellulaire. Néanmoins, la quantification des paramètres du comportement mécanique repose encore sur des hypothèses simplificatrices (contact de Hertz sur matériau isotrope homogène) dont les limites devront être analysées.

Une modélisation par élément fini de ce contact permettra dans un premier temps de valider la méthode ou tout au moins de mettre en évidence les limites de l'outil. Dans un futur proche, il est aussi prévu une modélisation plus spécifique au matériau bois prenant en compte la structure en couches de la cellule. En effet, autant sur les couches épaisses telles que les couches G ou S₂, on peut estimer que les dimensions de la surface de contact (~ 40 nm) sont petites devant les dimensions de la zone observée, autant pour la lamelle mitoyenne ou dans certains cas la couche S₁, il est important de pouvoir estimer l'effet de bord lié à l'interaction avec les couches adjacentes. Par rapport à l'anisotropie des couches, il est important de préciser que nous avons utilisé pour la détermination quantitative des modules un coefficient de Poisson égal à 0,3. Or, nous savons que si cette valeur est généralement un bon ordre de grandeur pour un matériau isotrope, elle peut être très différente dans un matériau orthotrope. Enfin, peut être faudra-t-il aussi se pencher, à une échelle plus fine, sur l'interaction de la pointe sur une surface composite en regardant l'effet d'une sollicitation locale sur le réseau microfibrillaire orienté.

III. CONCLUSION DE L'APPROCHE DE DETERMINATION DES RIGIDITES AXIALES

Ces deux études montrent que l'on peut aujourd'hui croire en la possibilité de mesurer les propriétés élastiques (à court terme) et viscoélastiques (à moyen terme) à l'échelle de la paroi cellulaire.

Les résultats présentés en microscopie acoustique en réflexion nous ont amené à la conclusion qu'un nouvel outil devait être développé pour répondre aux exigences du matériau bois. Un nouveau microscope acoustique fonctionnant en transmission a donc été réalisé pour une observation du bois à l'échelle micrométrique. Les premières validations de l'outil permettent d'être optimiste pour la détermination d'ici peu des propriétés mécaniques du bois dans l'eau à cette échelle. L'acquisition des temps de vol des ondes acoustiques dans la paroi permettra d'accéder aux propriétés élastiques et la mesure de l'atténuation de ces ondes nous informera sur ses propriétés viscoélastiques. L'utilisation dans un premier temps de capteur fonctionnant à 600 MHz nous apporte une résolution latérale de 2 µm, une des avancées prochaines sera l'utilisation de capteur fonctionnant au-delà du Gigahertz pour atteindre une résolution inférieure au micromètre.

En parallèle, l'utilisation de la microscopie à force atomique et la mise au point du mode contact vibrant ont permis de progresser en vue de la détermination des propriétés mécaniques de la paroi à l'état sec à l'échelle nanométrique. Une modélisation simple du contact pointe-échantillon a permis une première approche des rigidités des couches de la paroi. De gros efforts restent cependant à faire pour la compréhension et la modélisation du contact en vue de la quantification des propriétés élastiques et viscoélastiques.

CONCLUSION GENERALE

Les observations macroscopiques des propriétés physiques (retrait au séchage, PSF) et mécaniques (contraintes de croissance, module élastique) du bois de châtaignier ont fait apparaître que, pour les bois à faibles contraintes de croissance, les propriétés dans la direction longitudinale peuvent trouver leur explication par l'inclinaison des microfibrilles dans la couche S_2 . Plus les contraintes de croissance sont faibles (et *a fortiori* quand elles sont négatives), plus l'angle des microfibrilles est incliné et plus le module élastique axial est faible, plus le retrait axial est fort et le retrait transverse faible. Ceci correspond au schéma habituel proposé pour les résineux dans les modèles classiques.

En revanche, dans les bois à forte contrainte de tension, les propriétés ne peuvent plus être expliquées par les mêmes tendances. On observe une rupture dans le comportement du bois : forte dispersion du module élastique à l'état saturé, forte augmentation du module à l'état sec, augmentation du Point de Saturation des Fibres, augmentation du retrait tangentiel et forte augmentation du retrait longitudinal.

Des observations anatomiques ont montré que ces ruptures correspondaient à l'apparition de fibres comportant une couche gélatineuse ; ces fibres semblent être le moteur de ces variations de propriétés. Une caractérisation de ces cellules à une échelle plus fine a été mise en place. Cette caractérisation visait à étudier le comportement au séchage des cellules à couche gélatineuse (couche G).

La mise au point de nouveaux protocoles d'observation en microscopie électronique à balayage avec notamment l'utilisation de la stéréoscopie et l'utilisation de techniques nouvelles telles que la microscopie à force atomique ou la microscopie électronique environnementale ont permis d'accéder à des informations sur le comportement du bois à l'échelle pariétale. Il apparaît que la couche G, en plus de son fort retrait transverse, a un retrait axial important malgré ce que l'on connaît de sa structure (cellulose très cristalline orientée suivant l'axe de la cellule). Le retrait dans cette couche apparaît assez tôt dans le processus de séchage (au moins dans la direction transverse mais probablement aussi dans la direction longitudinale). La couche G est adhérente à la couche S_2 pendant la majeure partie de son séchage, le décollement souvent observé entre ces deux couches pouvant n'être qu'un effet de bord au voisinage de la surface libre observée. Ainsi, le retrait axial de la couche G serait le moteur du fort retrait macroscopique des bois de tension.

Ces observations nous amènent à reconsidérer l'organisation de cette couche et supposent la présence de zones de forte hygroscopicité à la fois dans les directions transverse et axiale. Pour une meilleure compréhension du rôle de la couche G dans le retrait axial macroscopique, une approche simple de modélisation par éléments finis a été utilisée. La modélisation rend bien compte qualitativement des phénomènes (notamment de l'effet de bord) mais reste tributaire, pour aller plus loin, des lois de comportement mécanique de chaque couche modélisée.

Faute de données fiables dans la littérature, il a été décidé de mettre au point des outils pour une détermination des propriétés élastiques et viscoélastiques des couches de la paroi. A cet effet, deux techniques complémentaires ont été mises au point. La conception et la réalisation d'un microscope acoustique en transmission dont les dernières validations sont en cours, permettront, dans un futur proche, par détermination des vitesses de propagation des ondes acoustiques dans les couches et de leur atténuation, une caractérisation quantitative à l'échelle micrométrique des propriétés du bois à l'état saturé. L'utilisation de la microscopie atomique et les mises au point spécifiques pour son utilisation en mode contact vibrant permettent déjà

(sous l'hypothèse très contraignante d'assimiler la couche localement à un corps isotrope parfaitement élastique), une estimation des modules élastiques à l'échelle nanométrique des différentes couches de la paroi à l'état sec et notamment de la couche gélatineuse.

Les diverses pistes de recherche énoncées méritent d'être approfondies.

Dans le cadre de l'approche microstructure-propriété sur le châtaignier présentée au chapitre 2, il sera intéressant de prolonger l'étude pour une caractérisation anatomique plus fine des éprouvettes étudiées. Sur les coupes réalisées, des observations à plus fort grossissement permettraient des mesures des épaisseurs des parois et de la couche G pour peut-être distinguer des stades de "maturation" de cette couche et apprécier sa contribution dans le comportement macroscopique. Une observation plus fine des éprouvettes à valeur de DRLM négative permettrait de conclure sur la présence de singularités anatomiques des éprouvettes de "bois de compression".

De manière plus générale, il semble important de poursuivre les investigations sur la relation présence de bois de tension – propriétés macroscopiques et sur la caractérisation des bois de tension. Ceci pourrait passer par une étude plus systématique du bois de tension des feuillus et notamment de la couche gélatineuse (quand elle est présente) pour répondre aux questions telles que : le comportement atypique de la couche G est-il identique chez toutes les espèces ou est-il spécifique à certaines ? On sait que l'on distingue diverses organisations de la fibre à couche G (présence ou pas des couches S_3 et S_2), ces organisations ont-elles une influence sur les propriétés macroscopiques, la couche G de ces cellules a-t-elle le même comportement que celles que nous avons observées ? Dans un même type de fibre, peut-on distinguer différents degrés de maturation de la couche G, quelles en sont les conséquences sur le comportement macroscopique ?

Dans la suite des études menées sur le comportement de la couche gélatineuse au séchage, il sera intéressant de compléter les observations réalisées en microscopie électronique environnementale pour quantifier les retraits de la couche G et du réseau cellulaire, mesurer les cinétiques de ces retraits et identifier l'instant de décollement entre la couche G et la couche S_2 . Cette technique, utilisée sous plusieurs angles de vue, couplée aux techniques de mesures topographiques par AFM pourra être développée pour une mesure quantitative du retrait axial de la couche G en lien avec sa cinétique. Enfin, une étude sur un plus grand nombre d'espèces et sur des couches G dans des états de maturation différents permettra d'identifier des comportements différents de cette couche au retrait (notamment longitudinal) qui pourraient nous aider dans la compréhension de sa structure.

La mise au point du microscope acoustique en transmission étant dans sa phase terminale, l'outil pourra prochainement être utilisé pour une caractérisation des propriétés mécaniques dans la paroi. Cet outil permettra notamment de caractériser la variabilité des propriétés mécanique de la couche G suivant les essences ou suivant l'état de maturation. Dans ce dernier cas, ce sera un outil d'une grande complémentarité avec les colorations classiques qui laissent entrevoir des différences au sein de la couche. Par l'acoustique, le comportement des couches pourra être étudié à l'état saturé. Les observations à l'état sec pourront se faire par microscopie à modulation de force (AFM). La confrontation de ces deux types d'expériences

pourra donner une idée des réarrangements que l'on peut supposer dans la couche G pendant son séchage. L'utilisation de la technique AFM, associée à une régulation en température et humidité permettra d'observer l'évolution de ces propriétés. Elle permettra aussi par le contrôle de la température d'étudier les changements de comportement du bois et notamment la détermination des zones de transition vitreuse dans la paroi.

Pour la compréhension de la structure de la couche G, de nouveaux outils sont aussi à explorer pour localiser les zones cristallines par rapport aux zones amorphes. L'utilisation de marqueurs fluorescents spécifiques des zones cristallines (ou amorphe) de la cellulose permettrait d'accéder, via la microscopie confocale, à une cartographie de répartition des différents états de la cellulose dans la couche G. Peut être faudrait-il chercher aussi s'il existe des marqueurs immunocytochimiques permettant une telle caractérisation. Enfin, l'utilisation de pointes plus fines en AFM pourrait permettre de distinguer dans la couche G des zones de rigidités différentes que l'on pourrait associer à différentes organisations de la cellulose.

ANNEXE 1 : PROTOCOLE DE COLORATION A L'AZUR II

Javel	1 minute	permet la décoloration, l'élimination des résidus ainsi que l'oxydation des parois.
Acide acétique	1 minute	neutralise l'action de la javel pour ne pas "délaver" la coloration.
Alcool à 100°	30 secondes	rinçage des coupes, permet également de rincer le panier afin de ne pas modifier le pH du colorant suite au bain d'acide acétique.
Azure II : -250 mg d'Azure II (sous forme de poudre) -100 ml d'éthanol	10 minutes	colorant de la matière ligneuse (le pH est ajusté à 4,5 avec de l'HCl N lors de la préparation).
Alcool à 100°	1 minute	rinçage de l'excès de colorant.
Alcool à 100°	1 minute	rinçage de l'excès de colorant.
N-butyl acetate	1 minute	solvant organique, permet une bonne solubilisation du liquide de montage.
Eukitt	Liquide de montage.	L'eukitt est un liquide de montage synthétique, adapté en raison de sa neutralité pour conserver les colorations fragiles. Il est parfaitement translucide et sèche rapidement.

ANNEXE 2 : TRAITEMENT DES IMAGES D'ANATOMIE

Le traitement des images est réalisé sur le logiciel d'analyse d'image Optimas.

Sur chaque échantillon il a été réalisé une coupe par extrémité, notées "a" et "b".

Les images des coupes "a" subissent les procédures A et B.

Les images des coupes "b" subissent les procédures C et D.

Afin d'obtenir les résultats des mesures directement dans l'unité de longueur des coupes (μm), une calibration spatiale est réalisée et enregistrée d'après la photo d'une graduation de référence dans les conditions de prise de vue des coupes anatomiques (même grossissement).

Procédure A

Le ROI¹² est donné par l'image entière.

- Seuillage automatique par recherche du minimum autour de la moyenne sur l'histogramme des niveaux de gris de toute l'image. Le seuillage se fait entre la valeur trouvée et 255 (zones sombres).

- Définition des paramètres de recherche automatique de contour d'aire :

Longueur minimum de la ligne de contour : 2000 μm (pour n'extraire que le contour total de la coupe).

Ignorer les trous.

- Détection et tracé des aires (seul le contour total de la coupe est extrait).
- Le contour tracé devient le nouveau ROI.
- Nouveau seuillage automatique dans le nouveau ROI. Seuls les niveaux de gris des pixels situés à l'intérieur de la coupe sont pris en compte. Ceci permet de s'affranchir de l'erreur due aux "niveaux de blanc" en extérieur de coupe. Ainsi, le seuil ne dérive pas en fonction de la taille de l'image. De plus, cette méthode permet une meilleure dynamique sur la région qui nous intéresse, nous permettant un seuillage plus fin.
- Le niveau de seuil est enregistré pour être réutilisé dans la procédure B.
- Nouvelle définition des paramètres de recherche automatique de contour d'aire :

Longueur minimum de la ligne de contour : 2 μm (permet d'extraire un pixel isolé afin d'extraire un maximum de zones).

Prendre en compte les trous.

- Détection et tracé des aires (le contour total de la coupe ainsi que tous les contours des lumens intérieurs à la coupe sont tracés). Lorsqu'une aire contient une ou plusieurs aires, elle est parent. Lorsqu'une aire est contenue par une ou plusieurs aires, elle est enfant.

¹² ROI : Region Of Interest : partie de l'image qui sera prise en compte pour le traitement.

- Calculs sur les aires :

nombre d'aires détectées.

Surface totale de chaque aire détectée (en unité de calibration (μm^2)).

Surface stricte (surface "enfants exclues") de chaque aire détectée (en unité de calibration (μm^2)).

Nombre d'enfants de chaque aire détectée.

Ces résultats sont ensuite envoyés dans la Feuille 1 d'un classeur Excel.

Procédure B

Les ROI sont créés manuellement de manière à entourer les zones comportant du bois de tension.

Sur ces ROI, la détection et le tracé des aires sont réalisés d'après le seuil préenregistré dans la procédure A. Les mêmes calculs sont réalisés et les résultats sont envoyés dans la feuille 2 du même classeur Excel.

Procédure C et D

Les procédures C et D sont identiques respectivement aux procédures A et B, à l'exception de la destination des résultats qui se dirigent respectivement vers les feuilles 3 et 4 du même classeur.

Le classeur est ensuite sauvé sous le nom de l'échantillon (Chat-01 à Chat-96).

Traitement des données

Le traitement des données est réalisé sur Excel. La procédure permet de traiter les 96 fichiers successivement de manière automatique.

- Ouverture du fichier.
- Changement de nom des feuilles :

Feuil1 = Total coupe A

Feuil2 = Zones G coupe A

Feuil3 = Total coupe B

Feuil4 = Zones G coupe B

Feuil5 = Résultats

- Dans "Total coupe A" et "Total coupe B" :

La plus grande "surface totale" détectée est la surface totale de la coupe.

La "surface stricte" correspondante donne la quantité de matière ligneuse.

La différence donne la surface occupé par les lumens.

- Dans "Zones G coupe A" et "Zones G coupe B", pour chacune des aires :

Les aires ayant plus de deux enfants sont extraites ; elles correspondent aux ROI définis par le manipulateur (le seuil inférieur à 2 enfants permet de ne pas prendre en compte certains lumens au sein desquels la présence d'une "poussière" aurait créé un enfant).

La somme des "surfaces totales" de ces aires extraites donne la surface totale de bois de tension.

La somme des "surfaces strictes" de ces aires extraites donne la quantité de matière ligneuse des zones "tendues".

Pour une coupe donnée, la différence entre la surface totale de la coupe et la surface totale de bois de tension donne la surface totale de bois normal. Il en est de même pour la surface de matière ligneuse des zones de bois normal qui est la différence entre la matière ligneuse totale et la matière ligneuse des zones de bois de tension.

Les pourcentages des différents constituants sont ensuite calculés par rapport à la surface totale de la coupe et par rapport à la surface totale de matière ligneuse.

L'ensemble de ces données est rassemblé dans la feuille "Résultats".

Coupe A			% de Surf. Tot.	% de Mat. Lign.
Surface totale BT+BN+lumen		12950811,2		
Total	Bois Tension	2203666,76	17,0%	
	Bois Normal	10747144,4	83,0%	
matiere ligneuse	Total	8809520,87	68,0%	
	Bois Tension	2107054,59	16,3%	23,9%
	Bois Normal	6702466,28	51,8%	76,1%
lumen		4141290,34	32,0%	

Coupe B			% de Surf. Tot.	% de Mat. Lign.
Surface totale BT+BN+lumen		12682177,3		
Total	Bois Tension	3467578,21	27,3%	
	Bois Normal	9214599,07	72,7%	
matiere ligneuse	Total	9160555,4	72,2%	
	Bois Tension	3111578,45	24,5%	34,0%
	Bois Normal	6048976,94	47,7%	66,0%
lumen		3521621,88	27,8%	

Moyenne CoupeA & Coupe B			% de Surf. Tot.	% de Mat. Lign.
Surface totale BT+BN+lumen		12816494,2		
Total	Bois Tension	2835622,48	22,1%	
	Bois Normal	9980871,76	77,9%	
matiere ligneuse	Total	8985038,13	70,1%	
	Bois Tension	2609316,52	20,4%	29,0%
	Bois Normal	6375721,61	49,7%	71,0%
lumen		3831456,11	29,9%	

figure 104 : présentation des résultats pour un échantillon.

La feuille "Résultats" est ensuite renommée au nom de l'échantillon puis copiée vers un autre classeur rassemblant les résultats de l'ensemble des échantillons.

Dans le classeur récapitulatif, une feuille reprend l'ensemble des valeurs de proportions sur une ligne par échantillon pour pouvoir être comparées avec les mesures de propriétés physiques.

ANNEXE 3 : ESSAIS D'OBSERVATION PAR MICROTOPOGRAPHIE OPTIQUE

L'avantage premier de cette méthode est qu'elle est sans contact. Elle permettrait donc la mesure de topographie de surface pour des échantillons à forte porosité (bois normal de feuillus, bois de résineux).

I. PREPARATION DES ECHANTILLONS

La préparation des échantillons est identique à celle pour les observations en AFM.

II. TECHNIQUES D'OBSERVATION ET DE MESURE

Le principe repose sur le contrôle de l'aberration chromatique (chromatisme axial) dans une lentille de microscope. Lorsque de la lumière blanche est focalisée par une lentille, le point focal est différent pour chaque longueur d'onde car l'indice de réfraction varie avec la longueur d'onde (figure 105).

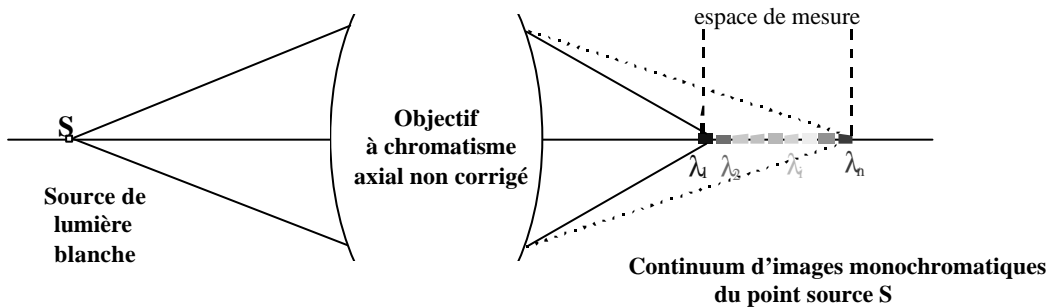


figure 105 : principe de l'aberration chromatique

Une source de lumière blanche est décomposée au moyen de l'objectif à chromatisme axial étendu en une série d'images ponctuelles monochromatiques dans l'espace de mesure. Lorsqu'un objet intercepte l'espace de mesure au point M (figure 106), une seule des images ponctuelles monochromatiques est alors focalisée en M. Par application de la propriété de confocalité, seule la longueur d'onde λ_M sera transmise avec un maximum d'efficacité à travers le filtre spatial, les autres longueurs d'onde étant défocalisées au point M. Une analyse spectrale permet ensuite de faire correspondre une altitude à une longueur d'onde. Par balayage, il est alors possible de construire une image de topographie.

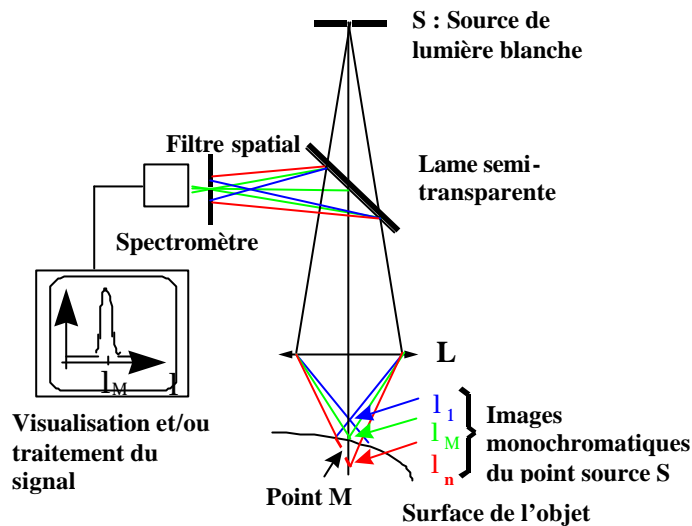


figure 106 : principe du microtopographe optique

Le capteur utilisé pour ces essais est celui ayant la plus forte résolution : $0,003 \mu\text{m}$ suivant z avec un spot de $0,8 \mu\text{m}$ de diamètre. Il opère à une distance de travail de 1 mm et sa profondeur de champ est de $80 \mu\text{m}$ (données catalogue).

III. RESULTATS

Des essais ont été réalisés à sec sur du chêne et du peuplier (figure 107).

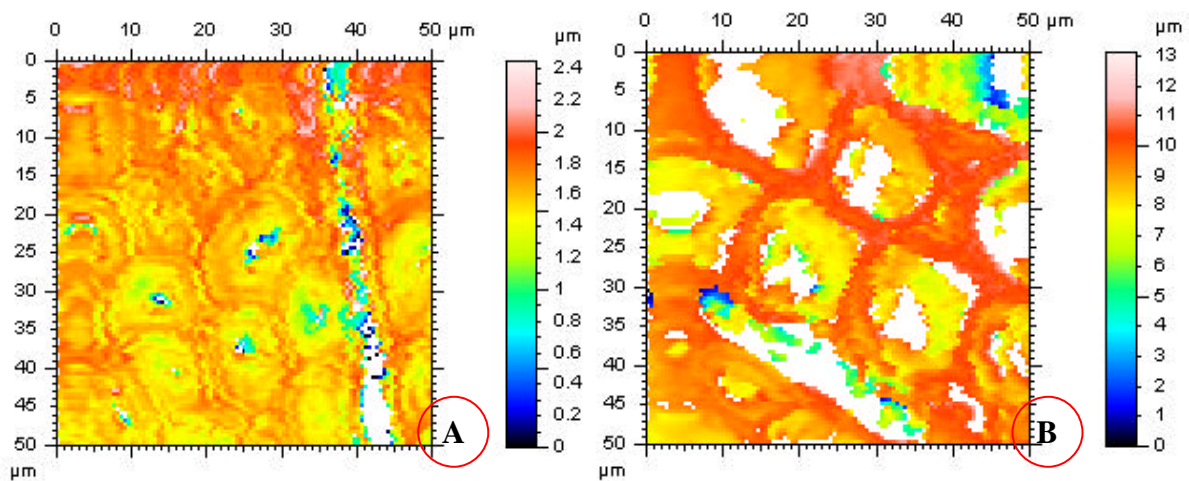


figure 107 : topographie de surface d'un échantillon de chêne (A) et de peuplier (B) observés en microphotographie optique.

Des mesures dans l'eau sur d'autres matériaux biologiques (cellules nerveuses) ont montré une faisabilité avec une mise au point plus complète.

Ces essais montrent que l'on retrouve les profils observés en AFM. Malgré une résolution plus faible, cette méthode étant beaucoup plus simple de mise au point, elle pourrait être utilisée pour de grandes séries d'essais.

ANNEXE 4 : CONCEPTION ET REALISATION D'UN MICROSCOPE ACOUSTIQUE EN TRANSMISSION

Ce travail s'est déroulé en étroite collaboration avec l'équipe acoustique du LAIN (Université Montpellier 2) sous la direction de Gilles Despaux. Il a été largement soutenu par les compétences de Claude Fraissou, qui a réalisé ses stages de 2^{ème} et 3^{ème} année d'IUP "Génie Mécanique et Productique" sur le sujet. Ce paragraphe est en partie extrait de l'article paru dans les actes du 3rd Plant Biomechanics Conference (Freiburg) : "Transmission acoustic microscopy: a tool for wood microstructure studies" (Clair et al. 2000b).

Ayant vu les limites des outils disponibles (microscope acoustique en réflexion), un nouveau microscope est conçu pour répondre aux exigences des matériaux biologiques tel que le bois. Les études en réflexion ayant montré la nécessité de travailler en haute fréquence et les difficultés liées à l'atténuation et à la perte des ondes de surface, ce nouveau microscope est conçu pour travailler en transmission, mais pourra aussi être utilisé en réflexion avec un des deux capteurs au choix. Sont présenté ici, les étapes de la conception mécanique du système, le principe de l'électronique associée et les tests de validation de la mesure.

I. MECANIQUE DU SYSTEME

Le cahier des charges est assez clair : le système doit permettre l'imagerie par balayage d'un échantillon entre deux capteurs acoustiques séparés d'environ 400 μm . L'erreur sur la coaxialité des capteurs doit être inférieure au micron et l'échantillon doit être dans le plan focal et parfaitement perpendiculaire à l'axe des capteurs. Une prévisualisation de l'échantillon par un système optique et un repositionnement motorisé de l'échantillon entre les capteurs doivent permettre une bonne identification de la zone observée en acoustique.

1.1. Principe cinématique

Le point crucial dans la conception d'un microscope acoustique en transmission est l'alignement des capteurs (suivant l'axe z). La tolérance d'alignement est de 0,5 μm . Une telle précision est impossible par usinage. De ce fait, il faut effectuer un réglage dans le plan xy. Celui-ci sera réalisé à l'aide de platines de translation (X_1 et Y_1).

En plus de l'alignement, il faut que les capteurs acoustiques soient à la bonne distance focale (environ 200 μm) l'un de l'autre suivant l'axe z. La tolérance étant de 1 μm , nous utiliserons, aussi, une platine de translation (Z_1) (figure 108).

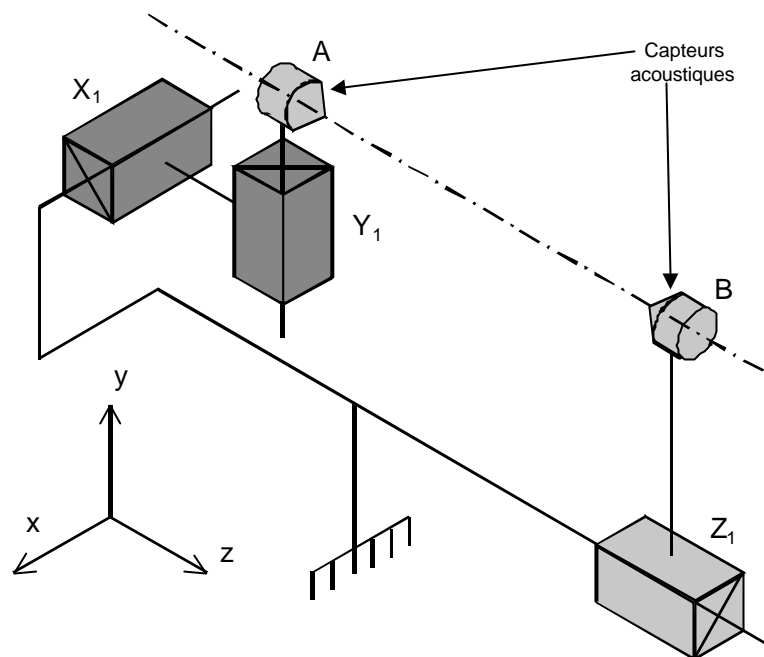


figure 108: schéma cinématique de l'alignement des capteurs acoustiques

Lors d'une acquisition, l'échantillon doit être dans le plan focal des capteurs acoustiques. La distance entre les deux capteurs étant de l'ordre de $200\ \mu\text{m}$ (figure 109), l'échantillon ($5\ \text{à}\ 20\ \mu\text{m}$ d'épaisseur) est maintenu sur un fin film de mylar tendu entre deux anneaux (figure 110).

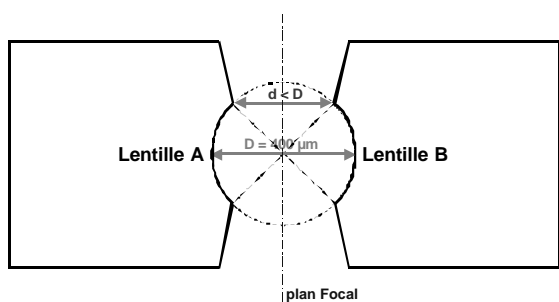


figure 109 : représentation schématique de la distance inter-capteurs

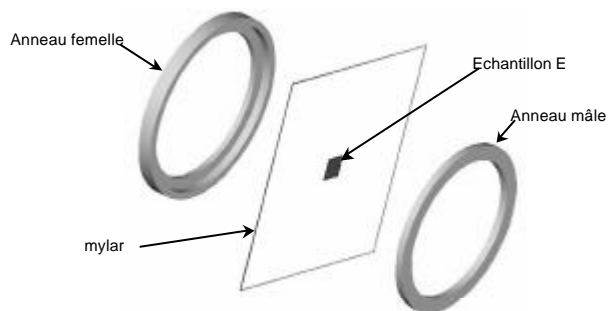


figure 110 : Double anneau pour le maintien de l'échantillon

Pour assurer une rigidité minimum aux anneaux, l'épaisseur de l'anneau femelle est de 2 mm. Cette épaisseur de l'anneau empêche le retrait de l'échantillon dans le plan xy (figure 111).

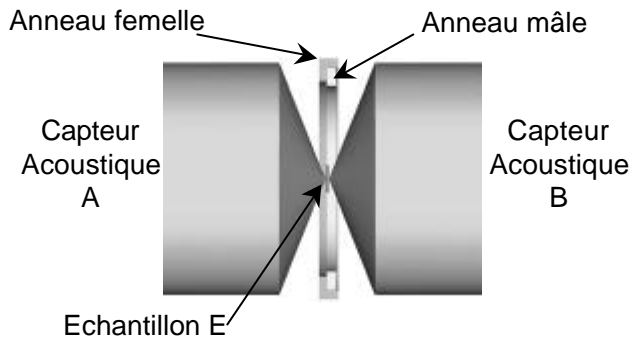


figure 111 : plan en coupe à l'échelle de l'échantillon entre les deux capteurs

Une seconde platine de translation Z_2 placée sous l'ensemble cinématique défini dans la figure 108 permet, après écartement des capteurs, de déplacer l'ensemble pour introduire l'échantillon (figure 112).

Cette disposition des platines permet de découpler la recherche de la distance entre lentille du positionnement au point focal de l'échantillon. Ainsi, la recherche de la distance inter-lentille peut se réaliser sans échantillon (avec Z_1), puis la recherche du point focal peut se faire en réflexion depuis le capteur A (avec Z_2), enfin, le second capteur revient se positionner à la bonne distance (avec Z_1). Cette configuration permet aussi l'acquisition de signature acoustique $V(z)$ (en réflexion) puisqu'on peut défocaliser l'échantillon pendant une acquisition.

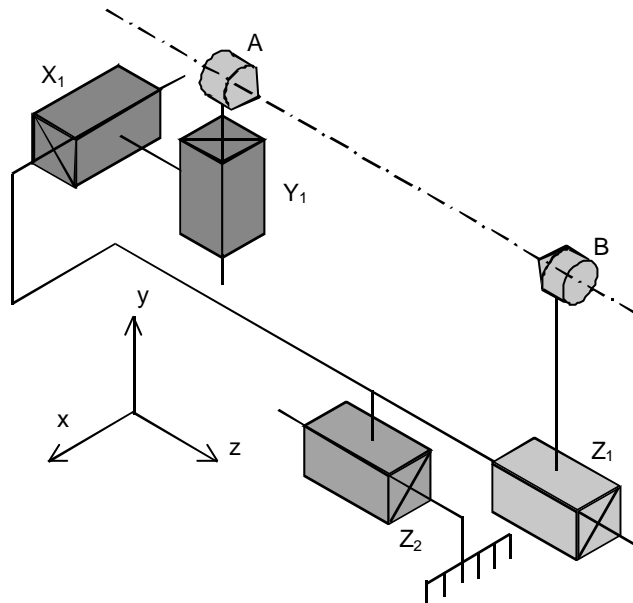


figure 112 schéma cinématique de l'alignement des capteurs acoustiques et de leurs translation suivant z.

Deux autres platines de translation (X_2 , Y_2) sont utilisées pour les déplacements de l'échantillon dans le plan xy. X_2 et Y_2 permettent de grands déplacements pour retirer l'échantillon ou aller l'observer avec le système optique.

L'acquisition des images acoustiques se fait par balayage de la surface de l'échantillon (plan xy). Le balayage en ligne se fait suivant x et le changement de ligne suivant y. Le balayage

suivant x doit se faire à grande vitesse et sans vibration, en revanche, il ne nécessite pas une grande course. Nous utilisons pour cela une platine à bobine mobile X_3 (figure 113)

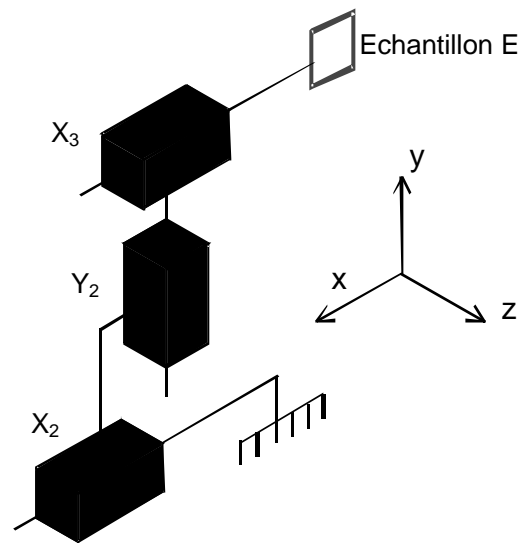


figure 113 : schéma cinématique de translation xy de l'échantillon

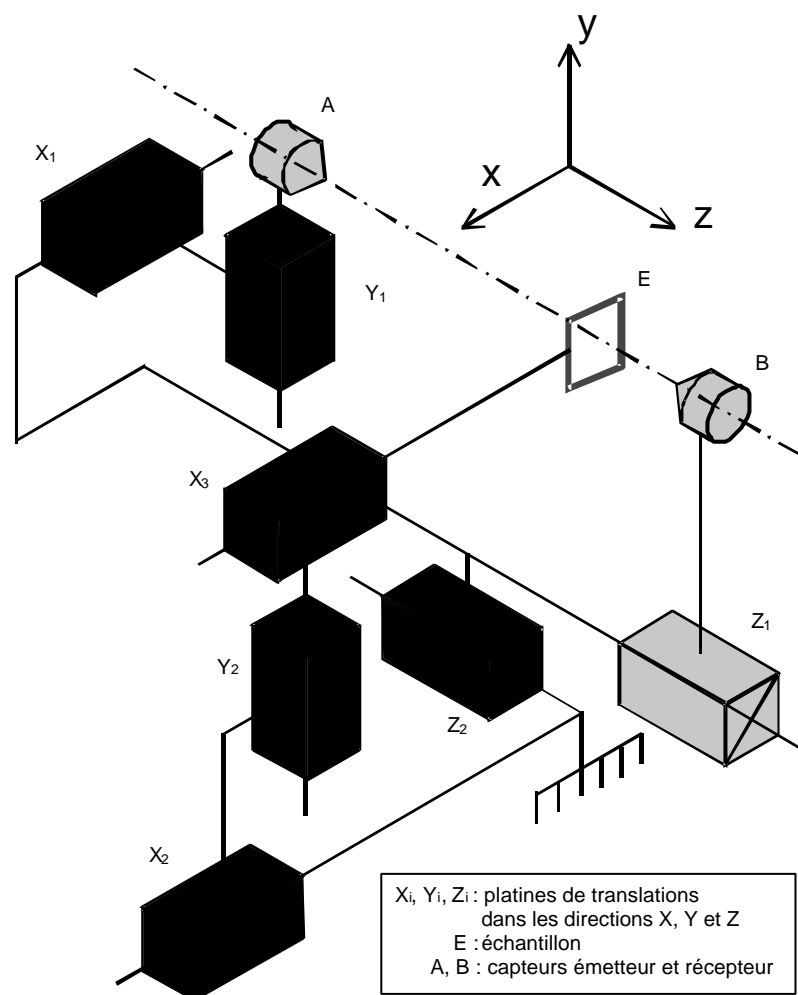


figure 114 : schéma cinématique du microscope acoustique en transmission

Tous les déplacements nécessaires étant définis nous avons le schéma cinématique (figure 114) du microscope. Celui-ci décrit les mouvements et la position de chaque élément par rapport aux autres. C'est autour de ce schéma que va se faire la conception du microscope.

1.2. Platines de déplacement

Plusieurs sociétés proposent des platines de déplacement dont la précision est de l'ordre du dixième de micron. Mais la nécessité d'utiliser un vibreur en X_3 pour le balayage nous a conduit à nous fournir chez Physik Instrumente, qui est la seule société à proposer un système analogue : une platine à bobine mobile (platine V-106).

Les déplacements X_1 et Y_1 étant dédiés à l'alignement, leur utilisation n'a lieu que lorsque l'on change de capteur et pour un réajustement fin à chaque utilisation. Ainsi une motorisation n'a pas été jugée nécessaire (notamment à la vue du surcoût) et il a été choisi des platines de translation (M-014) manuelles à double vis micrométrique (course 25 mm).

Le déplacement Z_1 ne nécessite pas non plus une grande course mais doit permettre un repositionnement automatique. Le même type de platine (M-014) est ici utilisé mais motorisée (repositionnement à $0,1 \mu\text{m}$).

Pour les déplacements de X_2 et Z_2 , ont été utilisées des platines de type M-405 (50 mm de course, repositionnement à $0,1 \mu\text{m}$) et pour Y_2 une platine M-410 (100 mm de course, repositionnement à $0,1 \mu\text{m}$)

1.3. Système optique

Au dessus et parallèle à l'axe des lentilles, un système optique permet de choisir la zone qui sera observée par acoustique (figure 115). Cet ensemble est composé d'une lentille optique 10X, d'un ultrazoom 6.5X, d'un éclairage coaxial et d'une caméra CCD 1/3" monochrome.

II. CONCEPTION

II.1. Représentation du schéma cinématique

Le schéma cinématique nous donne les positions relatives des composantes de translations, dont nous connaissons aussi les caractéristiques dimensionnelles. Il est alors possible de faire une représentation, sur le logiciel de CAO ProEngineer, du schéma cinématique en remplaçant les glissières par les platines de déplacements correspondantes (figure 115).

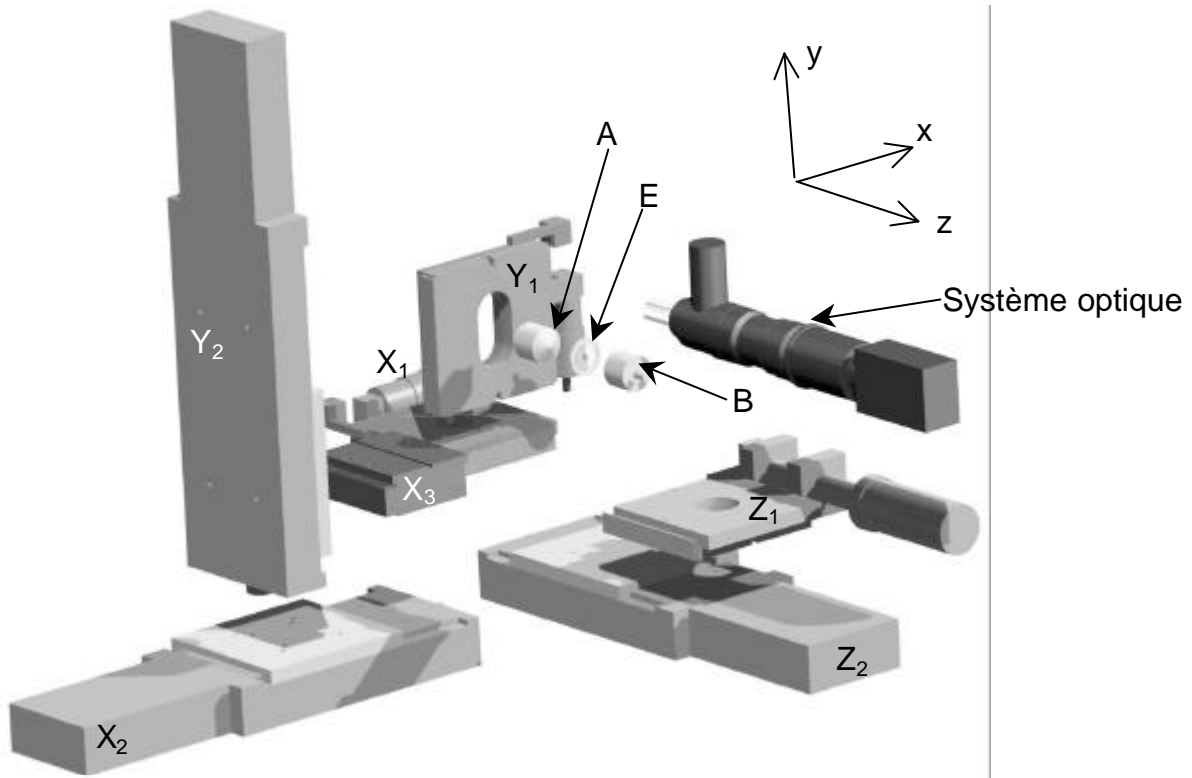


figure 115 : représentation réaliste du schéma cinématique

Pour des questions d'encombrement et de commodité d'utilisation, les platines X_2 , Y_2 , Z_1 , X_1 et X_3 sont positionnées de manière à avoir les moteurs, et les vis micrométriques vers l'extérieur. Z_2 est positionné symétriquement à Z_1 .

II.2. Assemblage

Les différents éléments sont assemblés en tenant compte des contraintes d'utilisation : retenons notamment, la nécessité de pouvoir retirer les capteurs par l'arrière (puisque les 25 mm de course de Z_1 ne permettent pas un écartement suffisant pour retirer les capteurs). De plus, les capteurs pouvant être retirés pour être nettoyés, leur retrait doit permettre un repositionnement le plus précis possible pour minimiser le réglage d'alignement après repositionnement. Enfin, pour assurer la coaxialité des capteurs, les ensembles X_1Y_1 et Z_1 sont mis en position par un appui plan avec une orientation (réalisée par un appui linéaire) et une butée (réalisée par pion pour faire un appui ponctuel) cette pièce fait la jonction avec Z_2 (figure 116).

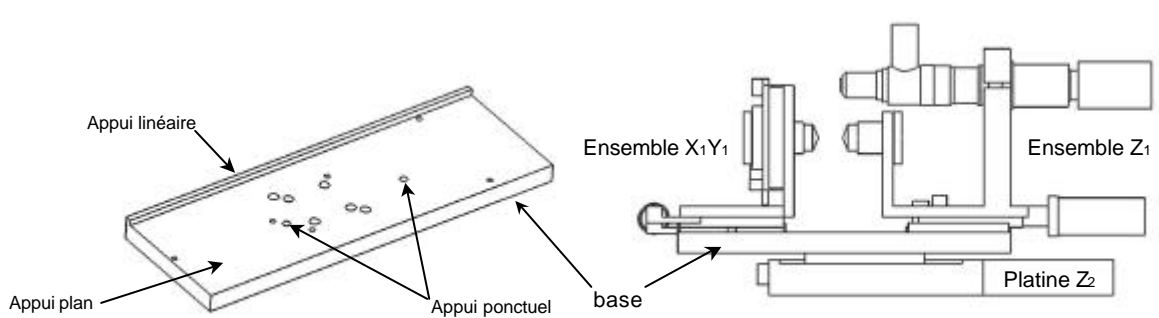


figure 116 : base de jonction entre les ensembles X_1Y_1 et Z_1 et la platine Z_2 .

Le centre de gravité de chaque ensemble a été calculé sur ProEngineer pour son positionnement sur sa base afin de minimiser les porte-à-faux.

Au final, l'ensemble capteurs et l'ensemble échantillon (figure 117) sont solidarisés perpendiculairement sur un socle (figure 118). Le socle est équipé sur sa face inférieure de plots antivibratoires.

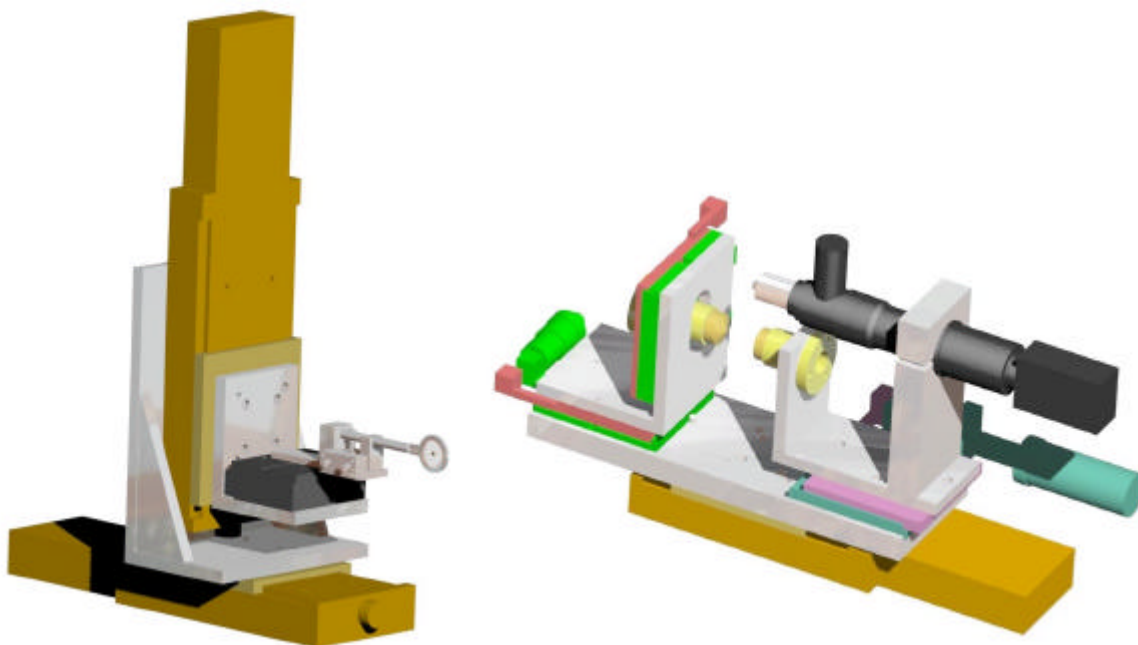


figure 117 : ensemble échantillon et ensemble capteurs

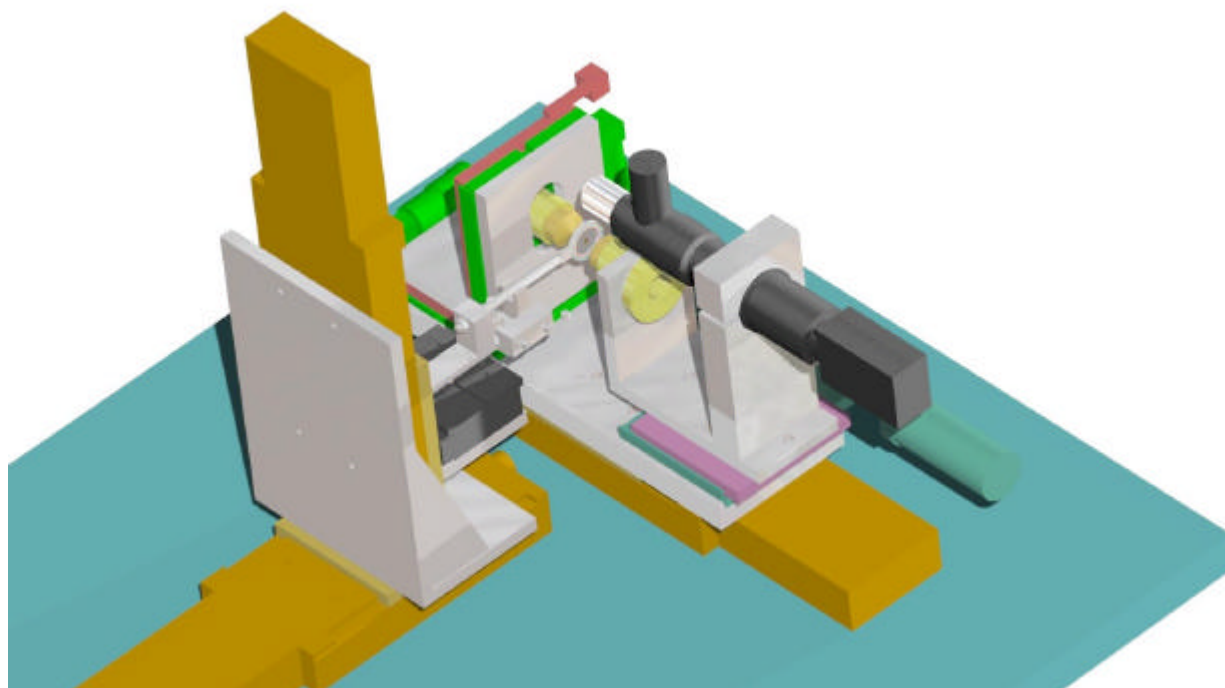


figure 118 : microscope acoustique en transmission.

II.3. Réglage de l'assiette de l'échantillon

Pour assurer une parfaite perpendicularité de l'échantillon avec l'axe des capteurs, il est important de pouvoir influencer sur son orientation. Ce réglage d'assiette se trouvant sur la platine vibrante, il doit être le plus léger et le moins encombrant possible.

Ce système devra permettre de régler l'inclinaison q autour de l'axe x et l'inclinaison j autour de l'axe y . Ces deux réglages doivent être indépendants.

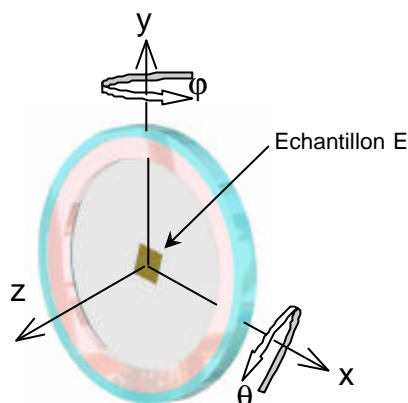


figure 119 : rotation de l'échantillon pour le réglage d'assiette

L'ensemble échantillon (qui comprend l'échantillon lui-même, le mylar et les anneaux) sera placé dans un "porte-échantillon" (figure 120).

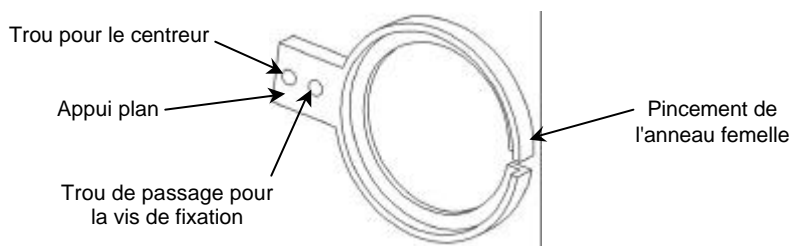


figure 120 : porte échantillon

Le système de réglage d'assiette doit donc être fixé à la platine vibrante et générer une rotation q autour de l'axe x et une autre rotation j autour de l'axe y . L'espace autour de l'échantillon étant réduit lors de la réalisation d'une image, il n'est pas possible que l'axe de la rotation autour de y passe par l'échantillon lui-même. Ce qui ne pose pas de problème pour x (figure 121)

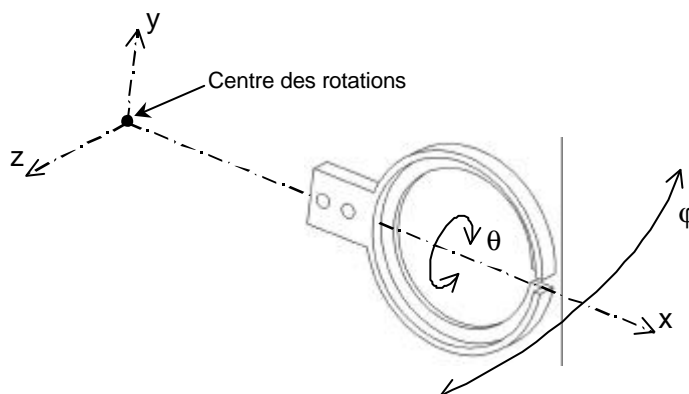


figure 121 : description des mouvements pour le réglage d'assiette

L'idée retenue est d'utiliser la déformation élastique d'une tige d'aluminium. Pour q nous utiliserons la rotation de la tige dans son point d'encrage, et pour j sa flexion.

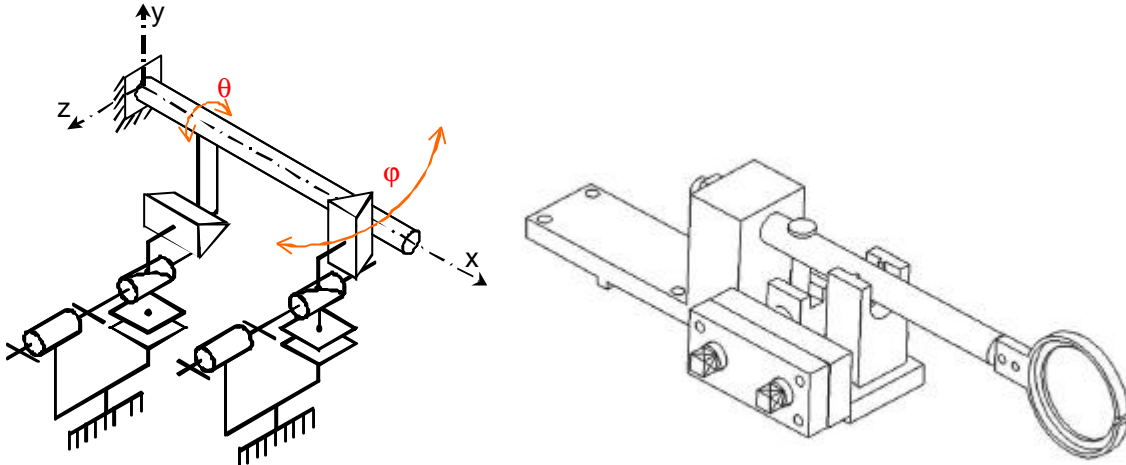


figure 122 : schéma cinématique et prototype du système de réglage d'assiette

Les mouvements de rotation et de flexion sont transmis par des systèmes vis-écrou.

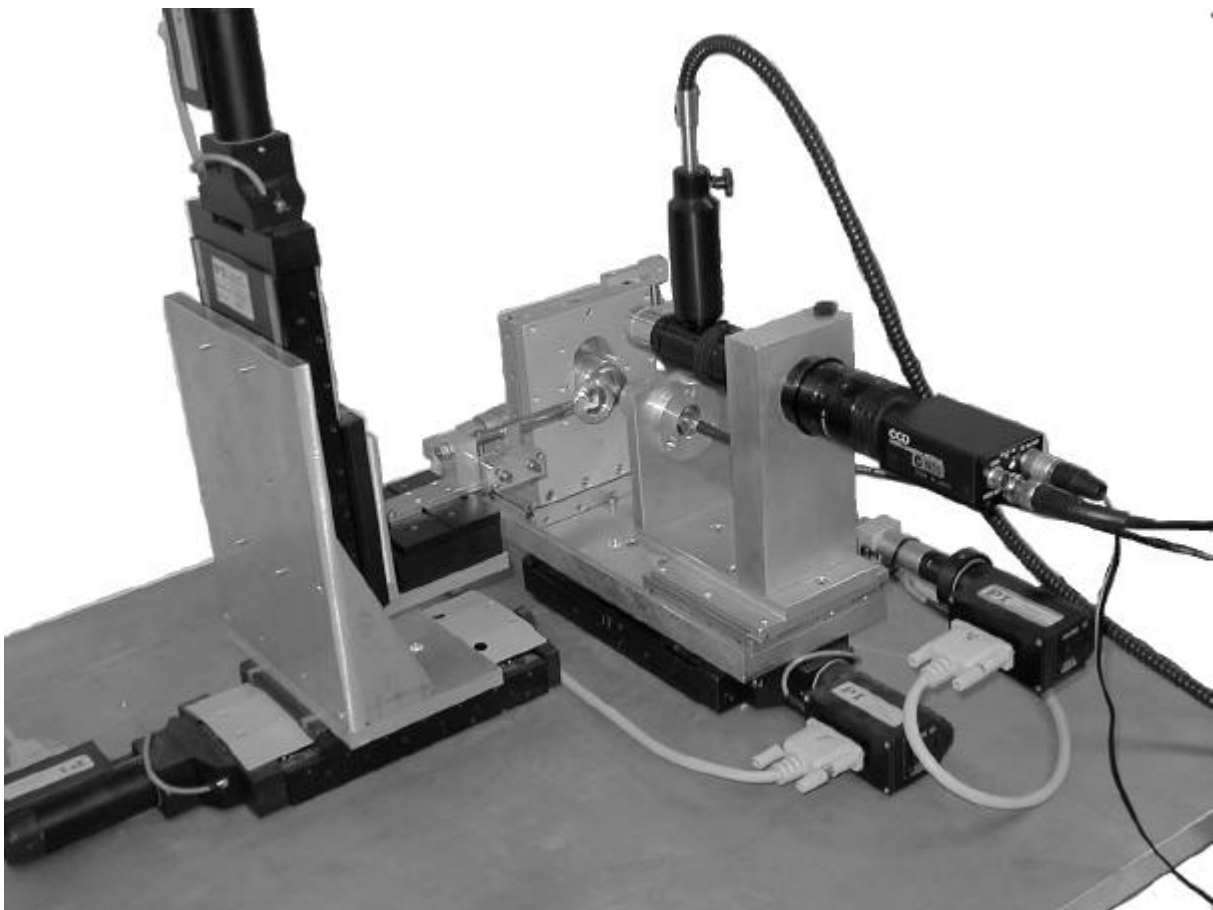


figure 123 : photo du microscope acoustique en transmission

III. ELECTRONIQUE DE L'INSTRUMENTATION

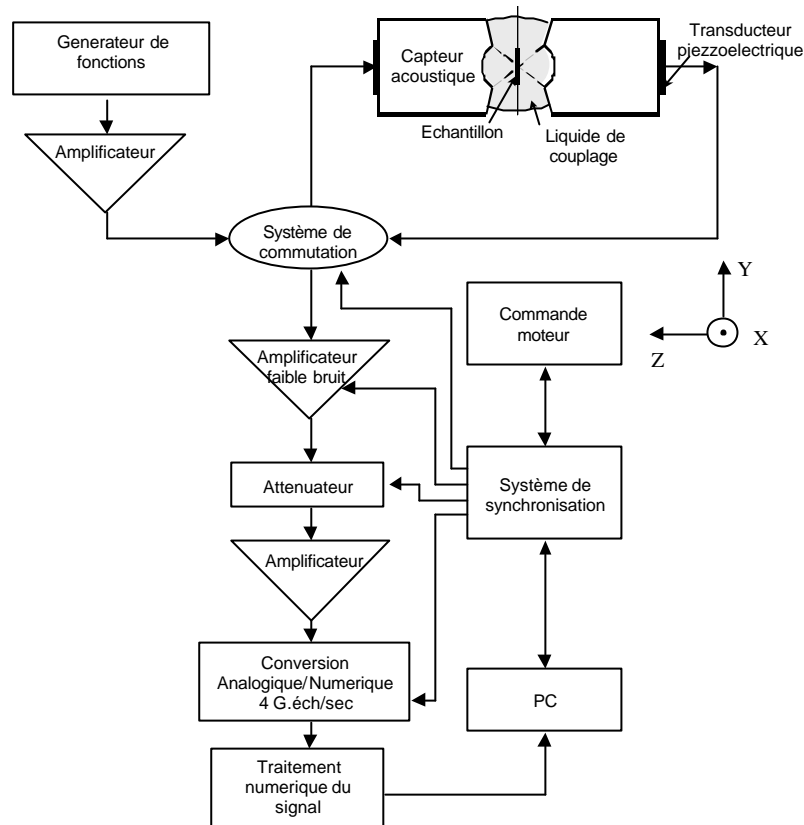


figure 124 : Schéma synoptique du microscope à transmission.

Le montage mis au point utilise un synthétiseur de fréquences permettant une définition très précise de la fréquence de travail. La durée du train d'onde est déterminée avec précision ; il peut contenir de quelques à plusieurs périodes d'oscillation en fonction du mode de fonctionnement souhaité. Un système de commutation permet de choisir le capteur émetteur et le capteur récepteur, autorisant ainsi l'utilisation du microscope en réflexion ou en transmission. Un amplificateur très faible bruit, associé à un atténuateur suivi d'amplificateurs sont utilisés pour mettre en forme le signal à l'entrée du convertisseur Analogique/Numérique à 4 Giga-échantillons par seconde (figure 124). En parallèle, un traitement de signal analogique mesure l'énergie de l'écho réceptionné dans la fenêtre d'observation. Ceci permet d'avoir un aperçu de l'image finale sans calculs lourds afin de régler de façon optimale les différents paramètres. Le système de synchronisation génère les signaux électriques nécessaires à la synchronisation des tirs acoustiques avec les déplacements des moteurs et le système d'acquisition et de traitement numérique du signal pour la reconstitution de l'image. Un traitement numérique du signal *a posteriori* extrait, des informations brutes, les paramètres pertinents tels que l'épaisseur, la vitesse de propagation des ondes acoustiques longitudinales et leur atténuation pour chaque point de matériau.

IV. VALIDATION DE LA MESURE : ESSAIS SUR GRILLE DE MICROSCOPE ELECTRONIQUE

L'objectif initial, pour déterminer les propriétés élastiques et visco-élastiques du matériau à examiner, est la mesure de la vitesse et de l'atténuation des ondes acoustiques longitudinales. Pour accéder à V_{Lech} (figure 93), il est indispensable de mesurer l'épaisseur soit par une méthode annexe, soit à l'aide du microscope en transmission.

A partir des temps de vol en réflexion, t_{RA} et t_{RB} , et du temps de parcours en transmission dans le couplant $t_{Tcouplant}$, l'épaisseur de l'échantillon peut-être calculée. La durée, t_{ech} , de la transmission de l'écho dans le matériau est le dernier paramètre à mesurer pour l'obtention de V_{Lech} . Le rapport des puissances électriques entre l'émission et la réception nous permet également de quantifier l'atténuation des ondes ultrasonores dans l'échantillon.

Pour cette mesure de V_{Lech} , il faut donc déterminer les temps de parcours des ondes acoustiques de part et d'autre de l'échantillon avec un fonctionnement en réflexion.

La figure 125 présente un écho avec son module et sa phase calculés par traitement numérique du signal. La phase est une mesure différentielle (à 2π près) du temps de vol, l'erreur y est donc beaucoup plus faible. La mesure est effectuée pour la valeur maximale du module.

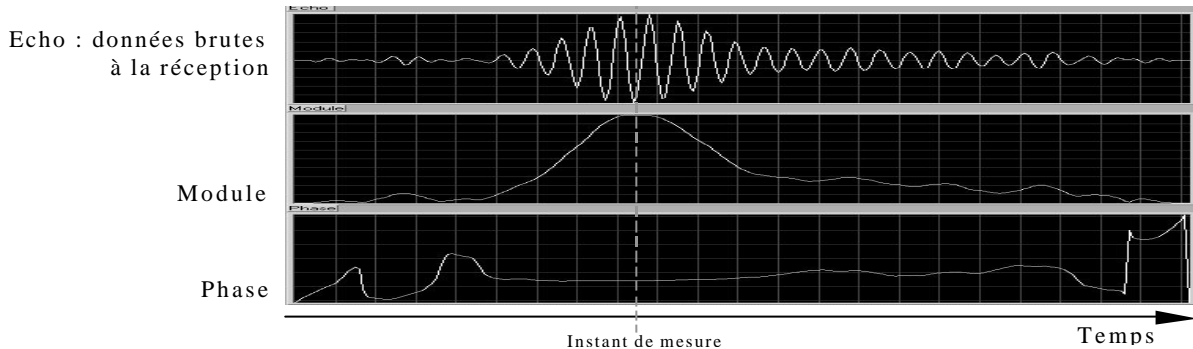


figure 125: Module et phase d'un écho (tir acoustique).

La figure 126-b est celle du temps de vol du signal transmis dans une grille en cuivre pour microscope électronique. Les zones noires correspondent à un manque de matière (uniquement du couplant) et les autres niveaux de gris, à la grille elle-même. L'erreur de mesure sur le temps de vol est de l'ordre d'une période d'échantillonnage soit 250 ps. La phase permet d'améliorer la précision de cette mesure d'un facteur 28. En effet la phase est calculée avec une précision de 2° , ce qui réduit l'erreur temporelle à 9 ps. Une mesure d'épaisseur avec une résolution au $10^{\text{ème}}$ de μm devient alors possible.

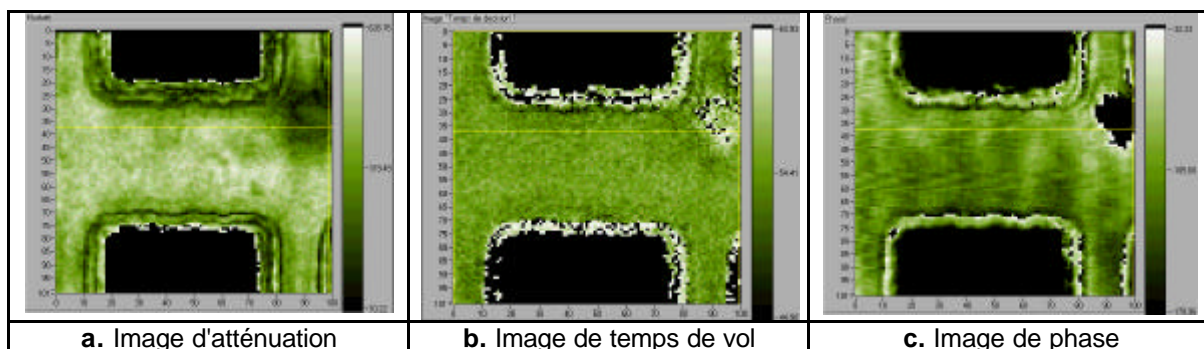


figure 126: Images acoustiques en transmission d'une grille de cuivre (200 x 150 μm^2)

Une légère variation de phase (figure 126-c), indétectable par la mesure du temps de vol, apparaît sur la poutre au centre de l'image. Cette variation indique : soit un défaut d'homogénéité de l'épaisseur de la grille (non confirmé par les mesures en réflexion); soit une légère vibration du système lors de la prise de mesure; soit encore une variation de la vitesse longitudinale. La mesure de l'épaisseur moyenne de la poutre dans la zone centrale pour une surface de $20 \times 20 \mu\text{m}^2$ est de $13,2 \mu\text{m}$ (validé par des mesures optiques).

La figure 126-a permet de confirmer une atténuation à peu près constante des ondes acoustiques le long du barreau.

TABLE DES ILLUSTRATIONS

<i>figure 1 : principe de la mise en place des contraintes de croissance</i>	8
<i>figure 2 : schématisation des contraintes dans l'arbre sur pied. a : arbre équilibré droit, b : arbre en flexion (d'après Fournier et al. 1991).</i>	8
<i>figure 3 : Modèle uniaxial de déformation induite par deux composants (l'indice 1 désigne les fibres et 2 les vaisseaux)</i>	17
<i>figure 4 : description de la couche comme l'entrelacement de la matrice et du réseau microfibrillaire (d'après Sassus 1998)</i>	18
<i>figure 5 : repère local de la microfibrille</i>	19
<i>figure 6 : Schématisation du principe de superposition des deux constituants de la couche (d'après Sassus 1998).</i>	20
<i>figure 7 : Géométrie du modèle de fibre. Gauche : modèle de fibre de bois normal à 3 parois. Droite : modèle de fibre gélatineuse à 4 parois</i>	21
<i>figure 8 : Plan descriptif du chapitre II</i>	26
<i>figure9 : Points de mesure et valeurs (en μm) des DRLM mesurées en fonction de la hauteur, de la courbure et de l'inclinaison des arbres pour le prélèvement en châtaignier.</i>	27
<i>figure10 : schématisation des fissurations sur une section d'un placage déroulé.</i>	28
<i>figure11 : débit des éprouvettes sur la mini-scie circulaire</i>	28
<i>figure12 : photo et description schématique de la mesure de la déformation longitudinale de maturation (d'après Sassus 1998)</i>	29
<i>figure13 : mesure de masse dans l'eau pour la mesure de volume par la méthode de la poussée d'Archimède.</i>	30
<i>figure14 : effet de la profondeur du prélèvement sur l'infradensité.</i>	32
<i>figure15 : Essai de traction dans la direction des fibres du placage (d'après Sassus 1998).</i>	33
<i>figure16 : mesure des dimensions du placage par la méthode de contact (d'après Sassus 1998)</i>	35
<i>figure17 : influence du retrait transverse sur la mesure de retrait longitudinal : cas des contacts plan ou ponctuel</i>	35
<i>figure18 : déformation d'un placage au séchage.</i>	36
<i>figure19 : flexion des placages dans le plan LT (Sassus 1998).</i>	36
<i>figure20 : schéma d'une éprouvette usiné pour la mesure du retrait par mesure sur image scannée</i>	37
<i>figure21 : principe de mesure des dimensions sur image scannée</i>	37
<i>figure22 : effet de l'interpolation sur la position d'une limite de seuil</i>	38
<i>figure23 : exemple d'image (a) et son histogramme de niveaux de gris b : sur 10 bits, c : sur 8 bits.</i>	39
<i>figure24 : boîte de dialogue pour le réglage des paramètres de mesure.</i>	41
<i>figure25 : Comparaison de la mesure par contact avec la mesure sur images suivant L et T.</i>	42
<i>figure26 : comparaison du retrait tangentiel d'une extrémité et de l'extrémité opposée.</i>	42
<i>figure 27 : Détermination du Point de Saturation des Fibres (exemple dans la direction L)</i>	44
<i>figure28 : relation entre la densité calculée d'après l'anatomie par analyse d'image et l'infradensité mesurée pour chaque éprouvette de châtaignier</i>	49
<i>figure29 : principe de la correction sur les surfaces pour un lumen supposé circulaire</i>	50
<i>figure30 : densités calculées d'après l'anatomie avant et après correction en fonction des densités macroscopique à 22,4 %</i>	52
<i>figure31 : histogramme de répartition du pourcentage de fibres à couche G par rapport à la surface totale de l'éprouvette et par rapport à la surface de matière ligneuse (pour les 48 éprouvettes contenant de la fibre G).</i>	52
<i>figure32 : Retrait tangentiel en fonction de la DRLM pour le châtaignier</i>	53
<i>figure33 : Retrait longitudinal en fonction de la DRLM pour le châtaignier</i>	54
<i>figure34 : mise en évidence de la rupture de pente du retrait longitudinal en fonction de la DRLM.</i>	54
<i>figure35 : relation retrait tangentiel – retrait longitudinal sur les éprouvettes de châtaignier ne comportant pas de fibres à couche gélatineuse.</i>	55
<i>figure36 : Représentation graphique de la moyenne des PSF suivant T et L pour les faibles et fortes classes de DRLM.</i>	56
<i>figure37 : PSF mesuré dans la direction longitudinale en fonction de la DRLM</i>	56
<i>figure38 : deux scénarios d'isotherme de désorption pour le bois de tension (BT) comparés à un isotherme de désorption du bois normal (BN).</i>	57
<i>figure39 : représentation de la part du retrait longitudinal total exprimée entre $H_r = 100\%$ et $H_r = 75\%$ et exprimé entre $H_r = 75\%$ et $H_r = 0\%$ en fonction de la DRLM.</i>	57
<i>figure40 : représentation de la part du retrait longitudinal total exprimée entre $H_r = 100\%$ et $H_r = 50\%$ et exprimé entre $H_r = 50\%$ et $H_r = 0\%$ en fonction de la DRLM.</i>	58
<i>figure 41 : phases des retraits longitudinal et tangentiel moyen par classe de DRLM.</i>	58
<i>figure42 : isothermes de désorption moyens pour les 8 classes de DRLM sur le châtaignier</i>	59

figure43 : variation dimensionnelle longitudinale d'un échantillon de dimension saturé égal à 1 en fonction de l'humidité relative pour 8 classes de DRLM	59
figure44 : variation dimensionnelle longitudinale d'un échantillon de dimension égale à 1 à l'état saturé en fonction de son humidité pour 8 classes de DRLM	60
figure45 : représentation du PSF suivant L en fonction du retrait longitudinal.	60
figure46 : représentation du PSF suivant T en fonction du retrait tangentiel.	61
figure47 : corrélation positive de la rétractabilité et du retrait suivant L et T pour le châtaignier.	61
figure48 : relation entre module spécifique et DRLM chez le châtaignier	62
figure49 : relation entre module spécifique et DRLM en fonction des classes de DRLM considérées. A gauche : état saturé, à droite : état sec.	62
figure50 : module mesuré à l'état saturé et à l'état sec en flexion 3 points (mesures C. Coutand) et en traction pour 3 éprouvettes de bois normal (n° 1-3) et trois éprouvettes de bois de tension à fibre G (n° 4-6) de peuplier (le module de flexion à sec n'est présenté que pour une éprouvette de bois normal et une de bois de tension)	63
figure51 : relation entre le module spécifique sec à l'air et la DRLM pour le châtaignier pour l'ensemble des éprouvettes (à gauche) et pour les éprouvettes non prélevées en périphérie de l'arbre	64
figure52 : relation entre DRLM et proportion de fibres à couche gélatineuse sur la coupe (%FG/tot) et sur la matière ligneuse (%FG/ML) en comptabilisant (à gauche) ou pas (à droite) les éprouvettes sans fibres à couche G.	65
figure53 : relation entre DRLM et proportion de fibres à couche gélatineuse dans la matière ligneuse pour l'ensemble des éprouvettes contenant des fibres à couche G (à gauche) et pour les éprouvettes contenant des fibres à couche G à l'exclusion des éprouvettes prélevées en périphérie de l'arbre (à droite).	66
figure54 : relation entre PSF suivant L et proportion de fibres à couche gélatineuse sur la coupe (%FG/tot) et sur la matière ligneuse (%FG/ML) en comptabilisant (à gauche) ou pas (à droite) les éprouvettes sans fibres à couche G.	66
figure55 : relation entre retrait longitudinal et proportion de fibres à couche gélatineuse sur la coupe (%FG/tot) et sur la matière ligneuse (%FG/ML) en comptabilisant (à gauche) ou pas (à droite) les éprouvettes sans fibres à couche G.	67
figure56 : relation entre module spécifique à l'état saturé et proportion de fibres à couche gélatineuse sur la coupe (%FG/tot) et sur la matière ligneuse (%FG/ML) en comptabilisant (à gauche) ou pas (à droite) les éprouvettes sans fibres à couche G.	67
figure57 : relation entre module spécifique à l'état sec à l'air et proportion de fibres à couche gélatineuse sur la coupe (%FG/tot) et sur la matière ligneuse (%FG/ML) en comptabilisant (à gauche) ou pas (à droite) les éprouvettes sans fibres à couche G.	67
figure 58 : gain en rigidité (module sec / module saturé) en fonction de la proportion de couche G	68
figure59 : schématisation d'une éprouvette comprenant deux types de tissus et du vide.	68
figure 60 : Retour à la verticale d'un peuplier après inclinaison de son container. Formation de bois de tension sur la face supérieure.	74
figure 61 : Observation au microscope électronique à balayage d'un échantillon de bois de tension de peuplier (barre d'échelle : 20 µm)	75
figure 62 : Mesures de contraintes de croissance sur hêtre en forêt, pour 8 positions en périphérie du tronc. I : arbre à faible niveau de contraintes de croissance ; II : arbre avec une zone (Z) à très forte contrainte de tension.	75
figure 63 : Observation au microscope électronique à balayage d'un échantillon de hêtre (barre d'échelle : 20 µm)	76
figure 64 : observation au microscope électronique à balayage d'un échantillon massif de peuplier (barre d'échelle : 100 µm)	77
figure 65 : observation au microscope électronique à balayage d'une coupe mince (40 µm) de peuplier (barre d'échelle : 100 µm)	77
figure 66 : observation au microscope électronique à balayage d'un échantillon massif de hêtre dont l'état de surface a été réalisé avant déshydratation (barre d'échelle : 20 µm).	78
figure 67 : observation au microscope électronique à balayage d'un échantillon massif de hêtre dont l'état de surface a été réalisé après déshydratation (barre d'échelle : 20 µm).	79
figure 68 : observations au microscope électronique à balayage d'échantillons massifs jumeaux de hêtre dont l'état de surface a été réalisé avant (A) et après (B) déshydratation (barre d'échelle : 20 µm).	79
figure 69 : observation en microscopie électronique en balayage d'une même cellule de peuplier pour deux angles d'observation : normal à la surface (A) et 70° par rapport à la normale (B).	80
figure 70 : observation en microscopie électronique en balayage d'une même cellule de hêtre pour deux angles d'observation : normal à la surface (A) et 70° par rapport à la normale (B).	81
figure 71 : schéma de principe pour le calcul de profils topographiques.	82

figure 72 : profils topographiques pour le hêtre (A) et le peuplier (B) (CI = couche intercellulaire comprenant LM, P et S ₁).	82
figure 73 : observations au microscope électronique à balayage des deux faces d'une coupe mince de peuplier. Certaines cellules sur la tranche (flèche) permettent d'identifier toutes les autres. Les mesures sont réalisées sur des images telles que la F (barre d'échelle = 20 µm)	83
figure 74 : schéma explicatif des différentiels de retraits mesurés. A gauche, l'échantillon saturé (tel qu'il n'a pas pu être observé) et à droite l'échantillon sec.	84
figure 75 : différentiel de retrait de la couche G par rapport à la couche intercellulaire pour 14 cellules.	84
figure 76 : retrait total de la couche G mesuré pour 14 cellules pour 4 hypothèses de retrait macroscopique.	85
figure 77 : schéma de principe d'un microscope à force atomique	87
figure 78: mesures sur profils topographiques par AFM de trois mêmes cellules de peuplier dans l'eau (A), dans l'eau après 2 heures à 80°C (B), sec à l'air (C), dans l'eau après séchage (D). Distance verticale entre les couches S ₂ et G pour trois cellules (courseurs rouge, vert et noir).	89
figure 79: mesures sur profils topographiques par AFM de trois mêmes cellules de châtaignier dans l'eau (A), sec à l'air (B), dans l'eau après séchage (C). Distance verticale entre les couches S ₂ et G pour trois cellules (courseurs rouges, verts et noirs).	90
figure 80: mesures sur profils topographiques par AFM de trois mêmes cellules de chêne dans l'eau (A), sec à l'air (B), dans l'eau après séchage (C). Distance verticale entre les couches S ₂ et G pour deux cellules (courseurs rouges et noirs) et entre les couches S ₂ de 2 cellules adjacentes (courseurs verts).	91
figure 81 : observation du retrait de la couche gélatineuse lors de la première phase du séchage. Les images a, b et c correspondent à trois étapes successives sur un même lot de cellules. Les mesures de distance entre deux cellules et les mesures d'épaisseur de la couche G sont exprimées en µm.	94
figure 82 : observation du retrait lors de la seconde phase du séchage. Les images a, b et c correspondent à trois étapes successives sur un même lot de cellules. Les mesures de distance entre deux cellules sont exprimées en µm.	95
figure 83 : représentation 3D, modélisation 2D et maillage des couches de la paroi cellulaire	99
figure 84 : Schématisation du principe de superposition des deux constituants de la couche (Sassus 1998).	100
figure 85 : mesure du différentiel de retrait Dz sur la paroi simulée	101
figure 86 : influence de la longueur de la demi section sur le différentiel de retrait calculé	101
figure 87 : déformation de séchage en surface d'une fibre modélisée par éléments finis (le cadre bleu marine définit le contour des couche avant déformation).	102
figure 88 : déformation de séchage d'une fibre modélisée par éléments finis avec décollement des couches G et S ₂ (le cadre bleu marine définit le contour des couches avant déformation).	103
figure 89 : largeur apparente (transverse) de la fissure en fonction de sa profondeur.	103
figure 90 : effet des retraits transverse et axial de la couche G sur l'ouverture de la fissure en fonction de sa profondeur.	104
figure 91 : schéma de principe du microscope acoustique	108
figure 92 : schéma de parcours des ondes acoustiques entre les deux transducteurs en mode transmission.	109
figure 93 : représentation schématique des temps de vol mesurés pour une mesure d'épaisseur et de vitesse	110
figure 94 : Images acoustiques en transmission d'une coupe de bois de hêtre (40 x 30 µm ²)	119
figure 95 : schéma de principe du microscope à force atomique	123
figure 96 : schématisation de la flexion du levier	123
figure 97 : fréquence de vibration de la fondamentale et des harmoniques 1, 2 et 3 en fonction de la raideur du contact.	124
figure 98 : évaluation de la profondeur de pénétration de la colle en fonction du type de collage : sans (A) ou avec (B) étalement de la goutte de colle (barre d'échelle = 100 µm).	126
figure 99 : spectres de résonance sur les différentes couches de la paroi cellulaire	126
figure 100 : A droite : dessin à l'échelle du levier sur une portion d'échantillon. A gauche : zoom sur la portion entouré avec en dessous une schématisation des constantes diélectriques des différentes couches.	127
figure 101 : principe d'acquisition d'une image d'amplitude pour une fréquence donnée.	128
figure 102 : Image topographique (300 nm en z) et image d'élasticité des couches de la paroi cellulaire de chêne à 620 kHz (barre d'échelle = 1 µm)	129
figure 103 : Image topographique (300 nm en z) et image d'élasticité des couches de la paroi cellulaire de chêne à 690 kHz (barre d'échelle = 1 µm)	129
figure 104 : présentation des résultats pour un échantillon.	138
figure 105 : principe de l'aberration chromatique	139
figure 106 : principe du microtopographe optique	140
figure 107 : topographie de surface d'un échantillon de chêne (A) et de peuplier (B) observés en microphotographie optique.	140
figure 108: schéma cinématique de l'alignement des capteurs acoustiques	142

figure 109 : représentation schématique de la distance inter-capteurs	142
figure 110 : Double anneau pour le maintien de l'échantillon	142
figure 111 : plan en coupe à l'échelle de l'échantillon entre les deux capteurs	143
figure 112 schéma cinématique de l'alignement des capteurs acoustiques et de leurs translation suivant z.	143
figure 113 : schéma cinématique de translation xy de l'échantillon	144
figure 114 : schéma cinématique du microscope acoustique en transmission	144
figure 115 : représentation réaliste du schéma cinématique	146
figure 116 : base de jonction entre les ensembles X_1Y_1 et Z_1 et la platine Z_2 .	146
figure 117 : ensemble échantillon et ensemble capteurs	147
figure 118 : microscope acoustique en transmission.	147
figure 119 : rotation de l'échantillon pour le réglage d'assiette	148
figure 120 : porte échantillon	148
figure 121 : description des mouvements pour le réglage d'assiette	148
figure 122 : schéma cinématique et prototype du système de réglage d'assiette	149
figure 123 : photo du microscope acoustique en transmission	149
figure 124 : Schéma synoptique du microscope à transmission.	150
figure 125: Module et phase d'un echo (tir acoustique).	151
figure 126: Images acoustiques en transmission d'une grille de cuivre ($200 \times 150 \mu\text{m}^2$)	151

tableau 1 : récapitulatif des mesures réalisées aux différentes échelles et des coopérations associées (CIRAD = Centre de Coopération Internationale de Recherche Agronomique pour le Développement ; LMGC = Laboratoire de Mécanique et Génie Civil ; UM2 = Université Montpellier 2 ; LAIN = Laboratoire d'Analyse des Interfaces et de Nanophysique ; IUP = Institut Universitaire Professionnel). 1. d'après protocole existant ; 2. mise au point (outils ou protocole) ; 3. collaboration ; 4. encadrement stagiaire	5
tableau 2 : tableau synoptique des mesures réalisées	25
tableau 3 : récapitulatif de l'ensemble des valeurs de DRLM mesurées sur les 3 châtaigniers (les cases grisées correspondent aux points retenus pour le reste des mesures).	29
tableau 4 : données statistiques sur les infradensités (en g/cm^3) mesurées sur châtaignier.	31
tableau 5 : données statistiques sur les mesures de module (en MPa) et de module spécifique (en $\text{MPa} \cdot \text{cm}^3 \cdot \text{g}^{-1}$) sur les éprouvettes de châtaignier saturé et sec à l'air	34
tableau 6 : erreur de mesure des dimensions des placages par la méthode de contact (Sassus 1998)	36
tableau 7: erreur de mesure des dimensions des placages par la méthode d'après images numérisées	41
tableau 8 : données statistiques sur les mesures de retrait L et T réalisées sur 96 éprouvettes de châtaignier.	43
tableau 9 : données statistiques sur les valeurs mesurées de PSF	45
tableau 10 : matrice des coefficients de corrélation. Les valeurs de r sont données dans la moitié inférieure gauche et le seuil de signification dans la partie supérieure droite (NS non significatif, * pour un seuil inférieur à 5 %, ** inférieur à 1 % et *** inférieur à 0,1 %).	53
tableau 11 : moyennes et leurs écarts des PSF suivant L et T pour les éprouvettes avec et sans fibres à couche gélatineuse.	56
tableau 12 : nombre de valeurs de PSF non prises en compte dans chaque classe de DRLM	60
tableau 13 : complément à la matrice de corrélation pour le châtaignier. Les valeurs de r sont données dans la moitié inférieure gauche et le seuil de signification dans la partie supérieure droite (NS non significatif, * pour un seuil inférieur à 5 %, ** inférieur à 1 % et *** inférieur à 0,1 %).	65
tableau 14 : caractéristiques des couches de la paroi (* d'après Watanabe et Norimoto 2000, ** d'après des observations personnelles, *** d'après Trénard 1981)	101
tableau 15 : caractéristiques des composants de la paroi (* d'après Watanabe et Norimoto 2000, ** d'après des observations personnelles).	101
tableau 16 : récapitulatif de la résolution en fonction de la fréquence en correspondance avec l'échelle d'observation (images en réflexion).	111
tableau 17 : récapitulatif des caractéristiques des liquides de couplage (Attal et Quate 1976 ; Cros et al. 1997).	112

BIBLIOGRAPHIE

- Arinero, R., G. Leveque, B. Clair & M. Ramonda. 2001. Mise en évidence des propriétés élastiques locales du bois par microscopie à force atomique. Forum des Microscopie à Sonde Locale, 27-30/03/2001, La Baume les Aix, France.
- Astley, J.R., K.A. Stol & J.J. Harrington. 1998. Modelling the elastic properties of softwood. Part II: The cellular microstructure. *Holz als Roh- und Werkstoff*, **56**: 43-50.
- Attal, J. & C.F. Quate. 1976. Investigation of some low ultrasonic absorption liquids. *Journal of Acoustical Society of America*, **59**: 1. 69 - 73.
- Attal, J. & J.L. Lamarque. 1981. La microscopie acoustique et ses applications en biologie et médecine. *Innovation et technologie en biologie et médecine*, **2**: 1. 41 - 52.
- Attal, J. 1983. La microscopie acoustique. *La Recherche*, **14**: 144. 664-667.
- Badel, E. 1999. Détermination des propriétés élastiques et du retrait d'un cerne annuel de chêne dans le plan transverse : description de la morphologie, mesures des propriétés microscopiques et calculs d'homogénéisation. Thèse ENGREF-Nancy, 178 pp.
- Badel, E. & P. Perré. 1999. Détermination des propriétés élastiques d'éléments individuels du plan ligneux du chêne par des essais de traction sur micro-éprouvettes. *Annals of Forest Sciences*, **56**: 467-478.
- Baillères, H. 1994. Précontraintes de croissance et propriétés mécano-physiques de clones d'Eucalyptus (Pointe-Noire, Congo) : hétérogénéités, corrélations et interprétations histologiques. Thèse Université Bordeaux I, 161 pp.
- Baillères, H., M. Castan, B. Monties, B. Poullet & C. Lapiere. 1997. Lignin structure in *Buxus sempervirens* L. reaction wood. *Phytochemistry*, **44**: 1. 35-39.
- Barber, N.F. & B.A. Meylan. 1964. The anisotropic shrinkage of wood. A theoretical model. *Holzforschung*, **18**: 146-156.
- Barber, N.F. 1968. A Theoretical Model of Shrinking Wood. *Holzforschung*, **22**: 4. 97-103.
- Barrett, J.D., A.P. Schniewind & R.L. Taylor. 1972. Theoretical Shrinkage Model for Wood Cell Wall. *Wood Science*, **4**: 178-192.
- Bentum, A.L.K., W.A.J. Côté, A.C. Day & T.E. Timell. 1969. Distribution of lignin in Normal and Tension Wood. *Wood Sci. Technol.*, **3**: 3. 218-231.
- Bereiter-Hahn, J. 1995. Probing Biological Cell and Tissues with Acoustic Microscopy. In: *Advanced in Acoustic Microscopy*. Plenum Press, New York and London, pp. 79 - 110.
- Bergander, A. & L. Salmén. 2000a. Variability in cell wall properties and their effects on the mechanical properties of fiber. *Wood and Wood Fibre Composites*. COST action, 13-15 april, 2000, Stuttgart (Germany), pp. 3-14.
- Bergander, A. & L. Salmén. 2000b. The Transverse Elastic Modulus of the Native Wood Fibre Wall. *Journal of Pulp and Paper Science*, **26**: 6. 234-238.
- Bergander, A. & L. Salmén. 2000c. Variations on Transverse Fibre Wall Properties: Relations between Elastic Properties and Structure. *Holzforschung*, **54**: 6. 654-660.

- Binnig, G., H. Rohrer, C. Gerber & E. Weibel. 1982. Surface Studies by Scanning Tunneling Microscopy. *Physical Review Letter*, **49**: 57.
- Binnig, G., C.F. Quate & C. Gerber. 1986. Atomic Force Microscope. *Physical Review Letter*, **56**: 930.
- Boyd, J.D. 1974. Anisotropic Shrinkage of Wood: Identification of the dominants determinant. *Mokuzai Gakkaishi*, **20**: 10. 473-482.
- Boyd, J.D. 1977. Relationship between fibre morphology and shrinkage of wood. *Wood Science and Technology*, **11**: 3-22.
- Briggs, A. 1992. *Acoustic Microscopy*, Oxford, pp. 325 p.
- Broomhead, L. 1978. Les microscopes acoustiques. *Sciences et Avenir*: 71-77.
- Bucur, V., A. Saied & J. Attal. 1995. Identification of wood anatomical elements by acoustic microscopy. 22 nd International Symposium on Acoustical Imaging, September 4-6 1995, Florence, Italy.
- Butterfield, B.G. (Editor), 1998. Microfibril angle in wood. University of Canterbury, Westport, New Zealand, 409 pp.
- Cave. 1968. The anisotropic elasticity of the plant cell wall. *Wood Science and Technology*, **2**: 4. 268-278.
- Cave, I.D. 1966. X-ray measurement of microfibril angle in wood. *Forest products Journal*, **16**: 10. 37-42.
- Cave, I.D. 1969. The Longitudinal Young's Modulus of *Pinus Radiata*. *Wood Science and Technology*, **3**: 40-48.
- Cave, I.D. 1972a. Swelling of a fibre reinforced composite in which the matrix is water reactive. *Wood Science and Technology*, **6**: 157-161.
- Cave, I.D. 1972b. A Theory of the Shrinkage of Wood. *Wood Science and Technology*, **6**: 284-292.
- Cave, I.D. 1978. Modelling Moisture-Related Mechanical Properties of Wood. Part I: Properties of the Wood Constituents. *Wood Science and Technology*, **12**: 75-86.
- Cave, I.D. 1997a. Theory of X-ray measurement of microfibril angle in wood. Part 1. the condition for reflection X-ray diffraction by materials with fibre type symmetry. *Wood Science and Technology*, **31**: 3. 143-152.
- Cave, I.D. 1997b. Theory of X-ray measurement of microfibril angle in wood. Part 2. the diffraction diagram X-ray diffraction by materials with fibre type symmetry. *Wood Science and Technology*, **31**: 4. 225-234.
- Chaffey, I. 2000. Microfibril orientation in wood cells: new angles on an old topic. *Trends in Plant Sciences*, **5**: 9. 360-362.
- Chanson, B. 1988. Etude de la variabilité de quelques propriétés physiques et anatomiques du bois de rejets de taillis de Châtaignier (*Castanea Sativa* Mill.). Application à l'étude de la roulure. Thèse,, 275 pp.
- Chow, K.Y. 1946. A comparative study of the structure and composition of Tension Wood in Beech (*Fagus sylvatica* L.). *Forestry*, **20**: 62-77.

- Clair, B. 1998a. Mémoire bibliographique : La microscopie acoustique : possibilités d'applications à la caractérisation des bois ?, DEA Sciences du bois ENGREF-Nancy, Nancy, 9 pp.
- Clair, B. 1998b. La microscopie acoustique : possibilités d'applications à la caractérisation des bois ?, DEA Sciences du Bois, ENGREF-Nancy, Nancy, 31 pp.
- Clair, B. & F. Aliotti. 2000. Différentiels de retrait dans la paroi cellulaire. 4èmes Journées Scientifiques de la forêt et du bois, 2-3.10.00, ENSTIB, Epinal.
- Clair, B., G. Despaux, B. Chanson & B. Thibaut. 2000a. Utilisation de la microscopie acoustique pour l'étude des propriétés locales du bois : étude préliminaire de paramètres expérimentaux. *Annals of Forest Science*, **57**: 335-343.
- Clair, B., G. Despaux, C. Frezou & B. Thibaut. 2000b. Transmission acoustic microscopy: a tool for wood microstructure studies. 3rd Plant Biomechanics Conference. Thieme-Verlag, 27.8-2.9.2000, Badenweiler (Freiburg), Germany, pp. 351-357.
- Clair, B., M. Ramonda, J. Gril & B. Thibaut. 2001. Longitudinal Shrinkage in Gelatinous Layer: from observation to modelling. First International Conference of the European Society for Wood Mechanics Lausanne, Switzerland, pp. 503-509.
- Clair, B. & B. Thibaut. 2001. Shrinkage of the Gelatinous Layer of Poplar and Beech Tension Wood. *IAWA Journal*, **22**: 2. 121-131.
- Clarke, S.H. 1937. The distribution, structure and properties of tension wood in beech (*Fagus sylvatica* L.). *Journal of Forestry*, **11**: 2. 85-91.
- Combes, J.-G., F. Sassus, H. Baillères, B. Chanson & M. Fournier. 1996. Les bois de réaction: relation entre la déformation longitudinale de maturation et les principales caractéristiques physico-mécaniques, anatomiques et chimiques. 4ème Colloque Sciences et Industries du Bois. ARBOLOR, 11-13.9.96, Nancy, pp. 75-82.
- Côté, W.A.J., A.C. Day & T.E. Timell. 1969. A contribution to the ultrastructure of tension wood fibers. *Wood Science and Technology*, **3**: 4. 257-271.
- Cousins, W.J. 1976. Elastic modulus of lignin as related to moisture content. *Wood Science and Technology*, **10**: 1. 9-17.
- Cousins, W.J. 1978. Young's Modulus of Hemicellulose as Related to Moisture Content. *Wood Science and Technology*, **12**: 161-167.
- Coutand, C., G. Jeronimidis, B. Chanson & C. Loup. 2001. Comparison of mechanical properties of tension and normal wood in Populus. *Wood Science and Technology*: accepté.
- Cros, B., V. Gigot & G. Despaux. 1997. Study of the efficiency of coupling fluids for acoustic microscopy. *Applied Surface Science*, **119**: 242 - 252.
- Dop, P. & A. Gautier. 1928. Manuel de technique botanique, histologie et microbie végétales. J. Lamarre, 101-115 pp.
- Dumonceaud, O. 2001. Petits bois naturellement durables dans des usages extérieurs en vue de limiter l'emploi des traitements par les pesticides : problème posé par l'utilisation du Châtaignier (*Castanea Sativa* Mill.) et intérêts d'un traitement de type friture à basse température. Thèse ENGREF-Montpellier, Montpellier, 214 pp.

- Farruggia, F. 1998. Détermination du comportement élastique d'un ensemble de fibres de bois à partir de son organisation cellulaire et d'essais mécaniques sous microscope. Thèse ENGREF-Nancy, 93 p. pp.
- Faruya, N., S. Takahashi & H. Miazaki. 1970. The chemical composition of the gelatinous layer from the tension wood of *Populus euramericana*. Journal Japanese of Wood Reaserch Society, **16**: 26-30.
- Fengel, D. & G. Wegener. 1984. Wood: Chemistry, Ultrastructure, Reactions. de Gruyter, Berlin - New York, 613 pp.
- Ferrand, J.C. 1982a. Etude des contraintes de croissance. I : méthode de mesure sur carottes de sondage. Annales des Sciences forestières, **39**: 2. 109-142.
- Ferrand, J.-C. 1982b. Etude des contraintes de croissance . II : variabilité en forêt des contraintes de croissance du Hêtre (*Fagus sylvatica* L.). Annales des Sciences forestières, **39**: 3. 187-218.
- Fischesser, B. 1995. Connaître les arbres, Paris, France, 351 pp.
- Fournier, M., B. Chanson, B. Thibaut & D. Guitard. 1991. Mécanique de l'arbre sur pied : modélisation d'une structure en croissance soumise à des chargements permanents, évolutifs. Partie 2: application à l'analyse tridimensionnelle des contraintes de maturation. Annales des Sciences forestières, **48**: 5. 527-546.
- Fujita, M., H. Saiki & H. Harada. 1974. Electron Microscopy of Microtubules and Cellulose Microfibrils in Secondary Wall Formation of Poplar Tension Wood Fibers. Mokuzai Gakkaishi, **20**: 4. 147-156.
- Gril, J. 1988. Une modélisation du comportement hygro-rhéologique du bois à partir de sa microstructure. Thèse, Paris, 268 p. pp.
- Gril, J. & B. Thibaut. 1994. Tree mechanics and wood mechanics: relating hygrothermal recovery of green wood to the maturation process. Annales des Sciences forestières, **51**: 329-338.
- Gril, J., F. Sassus, H. Yamamoto & D. Guitard. 1999. Maturation and drying strain of wood in longitudinal direction: a single-fibre mechanical model. 3rd Workshop on Connection between silviculture and wood quality through modelling approaches and simulation softwares (IUFRO WP S5.01.04 "Biological Improvement of Wood Properties"). ERQB-INRA Nancy, 5-12.9.99, La Londe-Les-Maures, pp. 309-313.
- Guitard, D. & F. El Amri. 1987. Modèles prévisionnels de comportement élastique tridimensionnel pour les bois feuillus et les bois résineux. Annales des Sciences forestières, **4**: 3. 335-358.
- Harrington, J.J., R. Booker & R.J. Astley. 1998. Modelling the elastic properties of softwood (Part I : The cell-wall lamellae). Holz als Roh- und Werkstoff, **56**: 37 - 41.
- Ishimaru, Y. & H. Sakai. 1988. Swelling of Wood in Liquid Mixtures : I. Water-ethanol and water-acetone. Mokuzai Gakkaishi, **34**: 11. 889-894.
- Keller, R. 1994. La constitution du bois. In: Le Bois Matériau d'Ingénierie, Nancy, pp. 13 - 51.
- Kollmann, F. & W.A. Côté. 1968. Principles of Wood Science and Technology : I. Solid Wood, 1. Springer-Verlag, New-York, 592 pp.

- Koponen, S., T. Toratti & P. Kanerva. 1989. Modelling longitudinal elastic and shrinkage properties of wood. *Wood Science and Technology*, **23**: 55-63.
- Koponen, S., T. Toratti & P. Kanerva. 1991. Modelling elastic and shrinkage properties of wood based on cell structure. *Wood Science and Technology*, **25**: 25-32.
- Kübler, H. 1987. Growth stresses in trees and related wood properties. *Forest Products Abstracts*, **10**: 3. 61-119.
- Lahbabi, R. 1995. Mesure par analyse d'image de paramètres microscopiques requis pour une prédiction déterministe des propriétés du bois. Thèse ENGREF-Nancy, Nancy, 140 pp.
- Lemons, R.A. & C.F. Quate. 1974. Acoustic microscope-scanning version. *Applied Physics Letters*, **24**: 4. 163-165.
- Lichtenegger, H., M. Müller, O. Paris, C. Riekkel & P. Fratzl. 1999. Imaging of the helical arrangement of cellulose fibrils in wood by synchrotron X-ray microdiffraction. *Journal of Applied Crystallography*.
- Mariaux, A. & C. Masseran. 1985. Anisotropie de retrait et structure du bois. Recherche de l'influence des caractères morphologiques transverses des fibres. *Bois et Forêts des Tropiques*, **209**: 35-47.
- Mariaux, A. 1987. Changement de taille et de forme des parois de fibres du bois accompagnant le retrait au séchage du bois massif. IUFRO - IAWA conference: From cell wall formation to timber behaviour. CTBA, 9-11 décembre 1987, Paris.
- Mariaux, A. 1989. La section transversale de fibre observée avant et après séchage sur bois massif. *Bois et Forêts des Tropiques*, **221**: 66-76.
- Mark, R.E. & P.P. Gillis. 1973. The Relationship Between Fiber Modulus and S2 Angle. *Tappi*, **56**: 4. 164-167.
- Meylan, B.A. 1972. The Influence of Microfibril Angle on the Longitudinal Shrinkage-Moisture Content Relationship. *Wood Science and Technology*, **6**: 4. 293-301.
- Mothe, F. 1988. Aptitude au déroulage du bois de Douglas. Conséquences de l'hétérogénéité du bois sur la qualité des placages. Thèse, 165 pp.
- Mott, L., S.M. Shaler & L.H. Groom. 1996. A technique to measure strain distributions in single wood pulp fibers. *Wood and Fiber Science*, **28**: 4. 429-437.
- Nepveu, G. 1983. *Eléments de Statistiques*, INRA - Station de recherche sur la qualité des bois, Champenoux, 65 pp.
- Nepveu, G. 1994. Variabilité. In: *Le Bois, Matériau d'Ingénierie*, Nancy, pp. 127-182.
- Norberg, P.H. & H. Meier. 1966. Physical and chemical properties of the gelatinous layer in tension wood fibre of aspen (*Populus tremula* L). *Holzforschung*, **20**: 174-178.
- Norimoto, M. 1976. Dielectric Properties of Wood. *Wood Research*, **59/60**: 106-152.
- Norimoto, M., S. Hayashi & T. Yamada. 1978. Anisotropy of Dielectric Constant in Coniferous Wood. *Holzforschung*, **32**: 5. 48-53.
- Norimoto, M., F. Tanaka, T. Ohogama & R. Ikimune. 1986. Specific Dynamic Youngs Modulus and Internal Friction of Wood in the Longitudinal Direction. *Wood Research and Technical Notes*, **22**: 53-65.

- Okawai, H., M. Tanaka, F. Dunn, N. Chubachi & K. Honda. 1990. Quantitative display of acoustic properties of the biological tissue elements. *Acoustical Imaging*, **17**: 193 - 201.
- Onaka, F. 1949. Studies on compression and tension wood. *Wood research, Bulletin of the Wood research Institute, Kyoto University, Japan*, **24**: 3. 1-88.
- Perez, L., V. Pittet & P. Navi. 2000. Fiber behaviour under tensile force, experimentation and modelling. In: S. Aicher (Editor), *International Conference on Wood and Wood Fiber Composites*, Stuttgart, Germany, pp. 47-58.
- Perré, P. & R. Keller. 1994. La prédiction des propriétés macroscopiques du matériau bois par sa structure anatomique : besoin ou moyen de caractériser la paroi ? *Journal of Trace and Microprobe Techniques*, **12**: 4. 277-287.
- Perré, P. 2001. Wood as a multi-scale porous medium : Observation, Experiment, and Modelling. *First International Conference of the European Society for Wood Mechanics* Lausanne, Switzerland.
- Persson, K., O. Dahlblom, S. Ormarsson & H. Petersson. 2000. Wood structure modelling and homogenisation of wood and fibre microstructure. *International Conference on Wood and Wood Fiber Composites*, 13-15 April, Stuttgart, Germany, pp. 59-72.
- Ruel, K. 1984. Etude en microscopie électronique des inter-relations cellulose-hémicelluloses-lignine dans les parois végétales. Thèse d'Etat, Grenoble, 193 pp.
- Sakurada, I., Y. Nukushina & T. Ito. 1962. Experimental Determination of the Elastic Modulus of Crystalline Region in Oriented Polymers. *Journal of Polymer Science*, **57**: 651-660.
- Salmén, L. & A. de Ruvo. 1985. A model for the prediction of fiber elasticity. *Wood and Fiber Science*, **17**: 3. 336-350.
- Salmén, L. 2001. Micromechanics of the wood cell wall: a tool for a better understanding of its structure. *First International Conference of the European Society for Wood Mechanics* Lausanne, Switzerland.
- Sassus, F., R. Thomas, V. Grzeskowiak, B. Chanson, M. Fournier & B. Thibaut. 1994. Contraintes de croissance et morphologie chez un clone de peuplier (I214). *Biomécanique des Végétaux (Colloque Interdisciplinaire du Comité National de la Recherche Scientifique)*. Elsevier, 5-9.9.94, Montpellier, pp. 159-160.
- Sassus, F. 1998. Déformations de maturation et propriétés du bois de tension chez le hêtre et le peuplier : mesures et modèles. Thèse ENGREF, Montpellier.
- Saurel, J.M., K. Alami, C. Amaudric du Chaffaut, O. Dugne & A. Guette. 1989. Mechanical characterisation by Acoustic Techniques of SiC CVD Thin Films. *Conference of European Material Research Society* Strasbourg (France).
- Scurfield, G. 1972. Histochemistry of reaction wood cell walls in two species of *eucalyptus* and in *tristania conferta* R. BR. *Australian Journal of Botany*, **20**: 9-26.
- Skaar, C. 1988. Wood-Water Relations. In: *Springer Series in Wood Science*. Springer-Verlag, Berlin Heidelberg, pp. 283.
- Thémelin, A. & A.M. Vergnet. A paraître. Méthode de détermination d'isothermes de sorption de produits lignocellulosiques. Application aux essences tropicales de bois d'oeuvre et de bois transformé. In: *Cahiers Scientifiques Lorrains*. ARBOLOR.

- Thibaut, B. 1988. Le processus de coupe du bois par déroulage. Thèse d'état Université Montpellier 2, 367 pp.
- Torgovnikov, G.I. 1993. Dielectric Properties of Wood and Wood-Based Materials. Springer Series in Wood Science. Springer-Verlag, Berlin Heidelberg, 196 pp.
- Trénard, Y. & P. Guéneau. 1975. Relations entre contraintes de croissance longitudinales et bois de tension dans le hêtre (*Fagus sylvatica* L.). *Holzforschung*, **29**: 6. 217-223.
- Trénard, Y. 1981. Observation au microscope électronique à balayage de bois de hêtre de valeurs de contraintes variées, CTB, Paris.
- Watanabe, U., M. Fujita & M. Norimoto. 1998a. Transverse Shrinkage of Coniferous Wood Cells Examined Using Replic Method and Power Spectrum Analysis. *Holzforschung*, **52**: 200-206.
- Watanabe, U., M. Norimoto, M. Fujita & J. Gril. 1998b. Transverse shrinkage anisotropy of coniferous wood investigated by the power spectrum analysis. *Journal of Wood Science*, **44**: 9-14.
- Watanabe, U. & M. Norimoto. 2000. Three Dimensional Analysis of Elastic Constants of the Wood Cell Wall. *Wood Research*, **87**: 1-7.
- Wicker, M. 1979. Le bois de tension : acquisitions récentes. *Annales biologiques*, **18**: 5-6. 221-254.
- Wimmer, R. & B.N. Lucas. 1997. Comparing mechanical properties of secondary wall and cell corner middle lamella in spruce wood. *IAWA bulletin*, **18**: 1. 77-88.
- Wimmer, R., B.N. Lucas, T. Tsui & O. W.C. 1997. Longitudinal hardness and Young's modulus of spruce tracheid secondary walls using nanoindentation technique. *Wood Science and Technology*, **31**: 131-141.
- Yamamoto, H., T. Okuyama & M. Yoshida. 1995. Generation process of growth stresses in cell walls IV : Analysis of growth stress generation using a cell model having three layers (S1, S2 and I+P). *Mokuzai Gakkaishi*, **41**: 1. 1-8.
- Yamamoto, H. 1999a. A model of anisotropic swelling and shrinking process of wood. Part 1. Generalization of Barber's wood fiber model. *Wood Science and Technology*, **33**: 311-325.
- Yamamoto, H. 1999b. Model of the anisotropic swelling and shrinking process of wood. Part 1. Generalization of Barber's wood fiber model. *Wood Science and Technology*, **33**: 4. 311-325.
- Yamamoto, H., N. Soma, T. Okuyama & J. Gril. 2000. Origin of Mechanical Properties of Wood Related to the Composite structure of the multi-layered cell wall. 3rd Plant Biomechanics Conference. Thieme-Verlag, 27.8-2.9.2000, Badenweiler (Freiburg), Germany.
- Yamamoto, H., F. Sassus, M. Ninomiya & J. Gril. 2001. Model of anisotropic swelling and shrinking process of wood. Part 2. A simulation of shrinking wood. *Wood Science and Technology*, **35**: 1/2. 167-181.
- Yamanaka, K. & S. Nakano. 1998. Quantitative elasticity evaluation by contact resonance in an atomic force microscope. *Applied Physic*, **A**: 66. S313-S317.