



**HAL**  
open science

# Caractérisation du comportement viscoélastique asymptotique du bois

Cédric Montero

► **To cite this version:**

Cédric Montero. Caractérisation du comportement viscoélastique asymptotique du bois. Mécanique [physics.med-ph]. Université Montpellier II - Sciences et Techniques du Languedoc, 2010. Français. NNT: . tel-00583101

**HAL Id: tel-00583101**

**<https://theses.hal.science/tel-00583101>**

Submitted on 4 Apr 2011

**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 2  
— Sciences et Techniques du Languedoc —

# THÈSE

pour l'obtention du grade de  
DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ MONTPELLIER 2

Spécialité : Mécanique et Génie Civil.  
Ecole doctorale : Informations, Structures, Systèmes.

---

## Caractérisation du comportement viscoélastique asymptotique du bois

---

par

Cédric MONTERO

Soutenue publiquement le 9 Décembre 2010 devant le jury composé de :

Hervé LOUCHE	Pr. (LMGC, FR)	Président
Dominique DEROME	Pr. (EMPA, CH)	Rapporteur
Frédéric DUBOIS	Pr. (3MsGC, FR)	Rapporteur
Jan CARMELIET	Pr. (EMPA, CH)	Examineur
David HUNT	Ing. (South Bank University, UK)	Examineur
Arie VAN DER LEE	Ing. (IEM, FR)	Examineur
Joseph GRIL	DR (LMGC,FR)	Directeur de thèse
Bruno CLAIR	CR (LMGC, FR)	Co-directeur de thèse



“Ce n’est point dans l’objet que réside le sens des choses, mais dans la démarche.”

**Antoine de Saint-Exupéry**  
(*Citadelle*, 1948)



# Remerciements

---

Certaines personnes pensent que chaque thèse a son histoire. Mais soyez sûr que chaque thèse a marqué l'histoire de son auteur. J'ai entendu plusieurs mots tentant de décrire l'histoire de ma thèse ; « caricaturale » , « ambitieuse » , « emplie de frustrations » , « sujet à risques » ; mais « valorisante » est certainement celui que je garderai en mémoire.

Il est du ressort du chercheur d'apprendre les outils nécessaires à l'analyse des phénomènes en jeu, de comprendre les comportements et les interactions physiques, et de transmettre le savoir acquis. Je tiens à remercier mes directeurs de thèse, Joseph Gril et Bruno Clair de m'avoir appris, fait comprendre et transmettent leur savoir.

Ce travail s'est fait au sein de l'équipe Mécanique de l'Arbre et du Bois dont l'esprit humain et la bonne ambiance de travail ont été un réel soutien au quotidien. Merci à vous tous, ainsi qu'à Arie et Yves-Marie que j'ai côtoyé à l'IEM. Je tiens aussi à remercier l'ensemble des membres du laboratoire que j'ai pu côtoyer aussi bien au département d'enseignement de mécanique de la Faculté des Sciences, qu'à l'IUT de génie civil de Nîmes, en conseil de laboratoire, ou en coordonnant les séminaires pour m'avoir montré la multiplicité des activités du métier d'enseignant-chercheur.

Je souhaite aussi remercier ici mes membres de jury Hervé Louche, Dominique Dérome, Frédéric Dubois, Jan Carmeliet, David Hunt, et Arie Van Der Lee.

Réaliser ce travail fut l'opportunité de voyages et rencontres multiples : à Reading (UK) durant un été typique anglais dans l'équipe de Georges Jeronimidis, à Téhéran(IR) lors d'un séjour mémorable grâce à Kambiz Pourtahmasi, à Vienne (AT) pour récupérer du matériel végétal grâce à Karin Hofstetter, à Paris pour le contrôle de la Joconde (FR) avec Bertrand, au synchrotron de Grenoble (FR) pour un mode de travail atypique, à Helsinki (FI) pour un séjour dépaysant, à Berlin (DE) pour un séjour trop court, à Poitiers (FR), à Hambourg (DE), à Zurich (SW) et à Bern (SW). Un grand merci à tout ceux qui y ont contribué.

Je tiens à remercier particulièrement ma famille et mes proches pour leur soutien quotidien et mon manque de temps à leur accorder.

Merci à tous, vous qui avez joué dans ce morceau de ma vie dont la partition est en ce moment sous vos yeux.



# Table des matières

---

<b>Introduction</b>	<b>1</b>
<b>0 Données sur le matériau bois</b>	<b>5</b>
0.1 Structure et composition du bois . . . . .	7
0.2 L'eau dans le bois . . . . .	12
<b>I Description du comportement différé du matériau bois</b>	<b>15</b>
I.1 Observations sur le comportement différé . . . . .	17
I.1.1 Rappels de rhéologie . . . . .	17
I.1.1.1 Expériences fondamentales . . . . .	17
Expérience de fluage et de relaxation . . . . .	17
Expériences de recouvrance et d'effacement . . . . .	18
I.1.1.2 Comportement linéaire . . . . .	19
Viscoélasticité linéaire . . . . .	19
Principe de superposition . . . . .	19
Matériau non vieillissant . . . . .	19
I.1.2 Propriétés du comportement du bois . . . . .	20
I.1.2.1 Premières constatations . . . . .	20
I.1.2.2 Propriétés du comportement viscoélastique . . . . .	20
Mise en évidence expérimentale . . . . .	20
Linéarité du comportement . . . . .	21
Cinétique d'évolution . . . . .	21
I.1.2.3 Modélisations rhéologiques du comportement viscoélas- tique . . . . .	22
Modèles à un temps caractéristique . . . . .	22
Modèle à plusieurs temps caractéristiques . . . . .	23
Modèles paraboliques . . . . .	24
I.1.2.4 L'influence de l'eau sur le comportement viscoélastique .	26
Influence sur la cinétique d'évolution . . . . .	26
Mises en évidences et description de l'effet mécanosorptif .	27
Modélisations . . . . .	30
I.1.3 L'identification d'un comportement limite . . . . .	31
I.1.3.1 Autour de son existence . . . . .	31



I.1.3.2	L'application des codes de construction Européens (Eurocodes) . . . . .	32
I.2	Programme de recherche . . . . .	35
I.3	Mises au point et installations expérimentales . . . . .	36
I.3.1	Essais préliminaires . . . . .	36
I.3.2	Installations expérimentales . . . . .	37
I.3.2.1	Régulation de l'environnement . . . . .	37
I.3.2.2	Mesure de l'environnement . . . . .	38
I.3.2.3	Mesure de la masse des échantillons . . . . .	38
I.3.2.4	Dispositif de sollicitation . . . . .	38
I.3.2.5	Mesure des déformations . . . . .	39
I.3.3	Histoires hygromécaniques préparatoires . . . . .	40
I.4	Travail expérimental et grandeurs d'étude . . . . .	42
I.4.1	Matériel et méthodes . . . . .	42
I.4.1.1	Matériel végétal . . . . .	42
I.4.1.2	Matériel expérimental . . . . .	43
Régulation de l'environnement . . . . .	43	
Dispositif de flexion en série . . . . .	43	
I.4.1.3	Histoire hygromécanique . . . . .	43
I.4.1.4	Analyse mécanique . . . . .	44
Analyse des déformations . . . . .	44	
Détermination de la teneur en eau . . . . .	45	
Détermination des coefficients de dilatation hydrique . . . . .	49	
Analyse des contraintes . . . . .	50	
Détermination des complaisances . . . . .	50	
Analyse des instants d'application du chargement . . . . .	51	
I.4.1.5	Acclimatation et similarité des échantillons . . . . .	52
Correction de la variabilité . . . . .	52	
Appariement des échantillons . . . . .	53	
Moyenne de comportement mécanique ou hygrothermique . . . . .	54	
I.4.2	Résultats bruts et élaborés . . . . .	55
I.5	Cinétique de fluage . . . . .	58
I.6	Influence de l'histoire hygromécanique sur la réponse différée . . . . .	62
I.6.1	Description des résultats . . . . .	63
I.6.2	Discussion . . . . .	64
Autour de l'existence d'un effet « ++ » . . . . .	64	
Autour de la variabilité de la réponse observée <sup>1</sup> . . . . .	65	
Autour de l'origine de la mécanosorption . . . . .	66	
Autour de l'influence du chargement . . . . .	70	
I.7	Intéactions entre les comportements viscoélastiques et mécanosorptifs . . . . .	71
I.7.1	Mise en évidence du couplage entre le comportement viscoélastique et mécanosorptif . . . . .	71
I.7.2	Extrapolation du comportement à long terme . . . . .	75

---

1. Cette partie à été ajoutée après relecture par les rapporteurs du document.

	I.7.2.1	Extrapolation linéaire du comportement à 50 ans . . . . .	75
	I.7.2.2	Comparaison avec les valeurs des Eurocodes. . . . .	76
I.8		Identification d'un comportement différé asymptotique . . . . .	78
	I.8.1	Modèles paraboliques appliqués au fluage . . . . .	78
	I.8.1.1	Mise en oeuvre des modèles paraboliques et des plans complexes . . . . .	78
	I.8.1.2	Résultats . . . . .	79
	I.8.2	Modèles paraboliques appliqués à la recouvrance . . . . .	83
	I.8.2.1	Calcul des complaisances durant la recouvrance . . . . .	83
	I.8.2.2	Evolution de la recouvrance . . . . .	84
I.9		Perspectives . . . . .	86
<b>II</b>		<b>Localisation des mécanismes de déformation du bois</b>	<b>89</b>
II.1		Déterminants microstructuraux du comportement rhéologique du bois . . . . .	91
II.2		De l'usage de la diffraction de rayons X pour l'étude du bois . . . . .	96
	II.2.1	Principe physique . . . . .	96
	II.2.1.1	Organisation de la matière . . . . .	96
	II.2.1.2	Principe de diffraction . . . . .	97
	II.2.2	Applications au matériau bois . . . . .	98
	II.2.2.1	Grandeurs établies par diffraction des rayons X . . . . .	99
	II.2.2.2	Analyses du matériau bois par diffraction des rayons X . . . . .	100
	II.2.3	Principe de mesure pour l'étude du matériau bois . . . . .	101
	II.2.3.1	Configuration technique . . . . .	101
	II.2.3.2	Analyse des diffractogrammes . . . . .	102
II.3		Mises au point et optimisations expérimentales liées à l'étude du matériau bois . . . . .	103
	II.3.1	Méthodologie . . . . .	104
		Réglages des dispositifs . . . . .	104
		Sensibilité . . . . .	104
	II.3.1.1	Détermination de la position du pic $H$ . . . . .	105
	II.3.1.2	Détermination de la distance $D$ . . . . .	106
		Usage de calibrants pour déterminer $D_0$ . . . . .	106
		Analyse anatomique pour déterminer $D_b$ . . . . .	107
II.4		Etude du champ de déformation . . . . .	108
	II.4.1	Réalisation technique et analyse mécanique . . . . .	108
	II.4.1.1	Mises au point techniques . . . . .	108
	II.4.1.2	Détection des bords de l'échantillon . . . . .	110
	II.4.1.3	Analyse mécanique . . . . .	112
	II.4.2	Mécanismes de déformation sous chargement élastique . . . . .	114
	II.4.2.1	Résultats . . . . .	114
	II.4.2.2	Discussion . . . . .	116
	II.4.3	Evolution sous chargement limite élastique . . . . .	117
	II.4.3.1	Résultats . . . . .	117
	II.4.3.2	Discussion . . . . .	118
	II.4.4	Evolution sous chargement viscoélastique . . . . .	118
	II.4.4.1	Résultats . . . . .	118

II.4.4.2 Discussion . . . . .	121
II.5 Perspectives dans la localisation des déformations . . . . .	122
<b>Conclusion générale</b>	<b>123</b>
<b>Bibliographie</b>	<b>126</b>
<b>Annexes</b>	<b>135</b>





# Introduction

---

Les enjeux et les objectifs du développement durable formalisent l'intérêt croissant porté par l'Homme sur son environnement. La nécessité d'une adéquation entre l'assouvissement des besoins physiologiques de chaque individu (respirer, boire, manger, dormir, se réchauffer, ...) et l'usage de produits d'origine naturelle devient une préoccupation sociale majeure. Elle s'accompagne d'une réflexion d'ordre écologique sur la gestion des ressources naturelles mondiales pour répondre à des besoins socio-économiques croissants.

Dans ce contexte le matériau bois retrouve un intérêt particulier. L'abondance de sa ressource fournie par les arbres, et ses propriétés mécaniques sont autant d'atouts favorisant son retour en force dans notre environnement quotidien. Délaissé dans la construction au profit de la pierre, des métaux ou du béton, il retrouve un engouement dans l'habitat au travers de mises en formes brutes ou transformées (comme le lamibois, le bois reconstitué, les contrecollés, l'osb, ...) pour des applications toujours plus variées. Abandonné dans les objets qui nous entourent au profit des matières plastiques ou métalliques, le mobilier fait appel à des techniques nouvelles que l'artisanat manufacturé n'avait pu jusqu'à présent apporter. D'autres secteurs d'application de ce matériau, comme notamment la facture instrumentale préservent un usage traditionnel du bois.

Mais bien que de plus en plus utilisé, les propriétés de ce matériau restent de nos jours un vaste sujet d'études et de questionnements dans la communauté scientifique. L'intérêt pour l'étude du bois n'a pas attendu le développement durable pour exister et fait appel à des domaines pluridisciplinaires en interaction constante. Le mécanicien des matériaux y joue un rôle déterminant à l'interface entre la physique, la chimie, l'agronomie et les mathématiques.

Le travail mené ici s'intéresse aux effets du temps qui passe et du temps qu'il fait sur le comportement du matériau bois affectant tous les usages envisageables de ce matériau. La nature des biopolymères constitutifs du matériau bois rend sa dépendance au temps fortement influencée par les conditions d'humidité et de température. L'évolution du comportement du matériau à long terme est d'un intérêt majeur pour les utilisateurs du matériau bois soucieux de la durabilité structurelle ou ornementale de leur ouvrage.

Le démarrage de ce travail de thèse a coïncidé avec la mise en place d'un projet de recherche européen intitulé *MechWood* (Mechanical Characterization of wood) sous la

direction de CEI-Bois (European Confederation of woodworking industries) regroupant les intérêts des industries nationales de la filière bois à l'échelle européenne. Ce projet, principalement axé sur le domaine de la construction bois, est mené par Karin Hofstetter (IMMS, Vienne) en partenariat entre l'Institute for Mechanics of Materials and Structures (Vienne, Autriche), le Laboratoire de Mécanique et Génie Civil (Montpellier, France), et l'Institute for Structural Analysis (Dresde, Allemagne). L'étude du comportement dépendant du temps et de l'environnement en est l'un des thèmes majeurs. Outre un apport financier nécessaire aux réalisations expérimentales de ce travail, ce projet a apporté des questionnements à l'échelle macroscopique spécifiques liés au génie civil ainsi qu'un plan d'étude de ces questions. Il a aussi permis la création d'une collaboration particulière avec l'IMMS (Vienne, Autriche).

Conjointement à ce projet, ce travail s'est aussi inscrit dans le thème de l'action de recherche européenne COST FP0802 intitulée *Experimental and Computational Micro-Characterization Techniques in Wood Mechanics*. Cette action a pour principal intérêt d'améliorer la connaissance de la microstructure du bois et sa micromécanique en utilisant des techniques novatrices en vue de nouveaux usages et utilisations du bois. Les conférences organisées ont été l'occasion de découvrir les travaux internationaux en cours, de rencontrer différents acteurs scientifiques et y présenter les travaux de thèse réalisés à l'échelle microscopique.

Au sein de l'équipe Mécanique de l'Arbre et du Bois du Laboratoire de Mécanique et Génie Civil, les effets du temps sur le comportement mécanique sont un thème de recherche « historique » de l'équipe depuis les travaux de Joseph Gril (1988). Bien que la collaboration entre Joseph Gril et David Hunt ait apporté plusieurs publications (Gril *et al.*, 2004; Gril et Hunt, 2001; Hunt et Gril, 1997, 1996, 1994), l'étude du comportement viscoélastique s'est concentrée au cas du bois dans l'arbre, dit « vert » (Bardet, 2001; Vincent, 2002; Dlouhá, 2009). Le thème de la préservation des oeuvres du patrimoine des panneaux en bois peints (au travers de l'expertise de la *Mona Lisa del Giocondo* et de l'action COST IE0601 *Wood Science for Conservation of Cultural Heritage*) a relancé l'intérêt de l'équipe pour la mécanosorption avec une approche numérique (Marcon, 2009; Colmars, 2011). Ces approches mises en oeuvre ont montré la nécessité de confronter les paramètres et les résultats à une caractérisation expérimentale. Au démarrage de ce travail, la restauration et la mise en place de matériels expérimentaux au laboratoire a été une nécessité.

Parallèlement à ces approches macroscopiques, les travaux de l'équipe sont aussi axés sur la description des propriétés mécaniques à l'échelle de la paroi (Clair, Arnould, Alméras). Préalablement à ce travail de thèse, une méthode de caractérisation de la cellulose permettait la mesure de l'angle des microfibrilles en collaboration avec Arie Van Der Lee du service de rayons X de l'Institut Européen des Membranes (Montpellier, France).

Dans le cadre de cette thèse, deux approches ont été menées. Après une brève description des propriétés du matériau, la **première partie** de ce document est consacrée à une approche phénoménologique du comportement différé sous environnement hydrique isotherme variable. Les différentes étapes nécessaires à la mise en place et à l'analyse d'essais de fluage à long terme ont permis de décrire la cinétique d'évolution viscoélastique dans la direction longitudinale. La modélisation des résultats obtenus a permis de discuter la convergence du comportement mécanique vers une limite finie. Le couplage

entre les chargements mécaniques et les variations de teneur en eau du bois, plus particulièrement son influence dans la cinétique viscoélastique, ont été analysés dans un cadre isotherme.

Dans la **seconde partie**, une approche systémique d'étude de la cellulose dans son environnement biologique au sein de la paroi cellulaire a été réalisée par une méthode de diffraction de rayons X. Au travers d'essais de flexion, la linéarité de la contribution de la cellulose dans les propriétés mécaniques est discutée.

A partir de ces deux approches, une vision d'ensemble sera proposée en **conclusion** mettant en évidence les principales avancées de ce travail ainsi que les perspectives envisagées.





# Chapitre 0

## Données sur le matériau bois

---

L'objectif de cette partie est de fournir au lecteur les outils nécessaires à la compréhension des thèmes abordés dans ce document. Ne seront reportées ici que les informations nécessaires à la compréhension des mécanismes liés au comportement différé.



Du fait de sa nature biopolymérique et de l'organisation de ses constituants, le bois présente un comportement différencié fortement dépendant de son environnement hygrothermique. Aussi avant de s'intéresser à ces phénomènes, il est nécessaire de rappeler brièvement l'anatomie de ce matériau naturel ainsi que le rôle de l'eau dans le bois. De nombreux ouvrages de référence présentent une description plus détaillée (Guitard, 1987; Jodin, 1994; Navi et Heger, 2005).

## 0.1 Structure et composition du bois

L'étude par le mécanicien du matériau du bois nécessite la définition d'échelles de description. Plusieurs échelles dans l'anatomie du matériau bois peuvent être réalisées, de l'échelle macroscopique de l'arbre ou de la grume à l'échelle moléculaire des différents constituants (fig. 1).

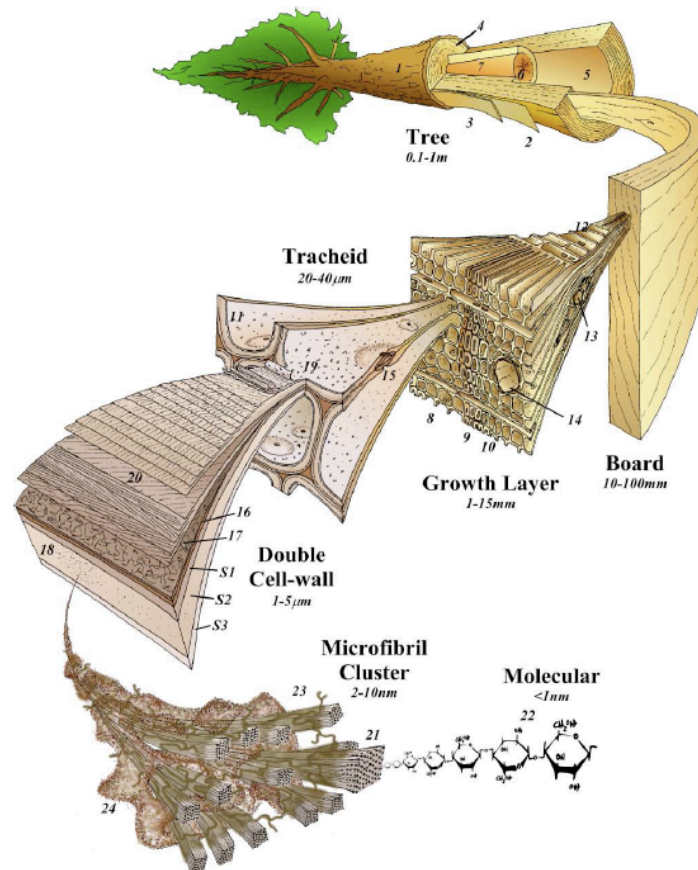


FIGURE 1 – Illustration de l'organisation multi-échelles du matériau bois (Harrington 2002)

La constitution chimique du bois est principalement faite de polysaccharides (la cellulose pour 30 à 50% et les hémicelluloses pour 15 à 35%) et de polyphénols (la lignine pour 15 à 35%).

## Échelle macroscopique

L'échelle macroscopique est définie comme l'échelle à la taille humaine ; celle de l'arbre ou de la grume. La partie directement visible à cette échelle est l'écorce externe assurant la protection de l'arbre, de son environnement à son milieu biologique. Derrière ce tissu de l'ordre de quelques millimètres à un centimètre d'épaisseur, l'écorce interne (ou liber) assure la conduction de la sève élaborée des feuilles vers l'ensemble de l'arbre. Enfin, au coeur, le bois permet le transport vers les feuilles de la sève brute absorbée au niveau du système racinaire. Dans les zones tempérées, le bois présente des cernes de croissance par l'alternance de bois initial (ou de printemps) et de bois final (ou d'été). Trois directions principales sont à distinguer suivant la direction longitudinale (axe de la grume), radiale et tangentielle ; notées  $L$ ,  $R$  et  $T$  (fig. 2).

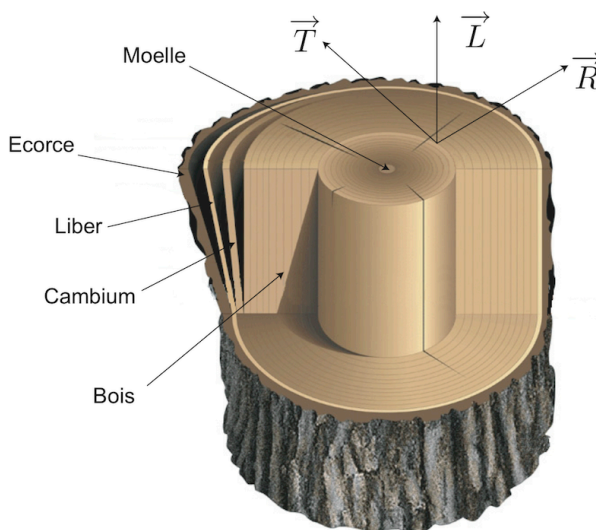


FIGURE 2 – Illustration d'une coupe transversale et longitudinale-radiale, ainsi que des différents tissus.

D'après ces symétries matérielles, le mécanicien décrit à cette échelle le matériau comme orthotrope. L'analogie des propriétés dans les directions radiales et tangentielle amène parfois à une représentation simplifiée isotrope transverse. La variabilité à cette échelle se traduit par un excentrement possible de la moelle ou encore une courbure de la direction longitudinale.

## Échelle microscopique

A cette échelle microscopique submillimétrique, les observations montrent l'organisation cellulaire au sein du cerne. Les cellules assurant le soutien mécanique sont les fibres. Elles mesurent de 1 à 3 mm de long et de diamètre 20 à 50  $\mu\text{m}$ . L'origine biologique induit une variabilité de forme cellulaire et d'organisation des tissus caractéristiques de l'espèce avec quelques variations résultant de l'adaptation en réponse aux besoins naturels et aux conditions environnementales de l'arbre (fig. 3).

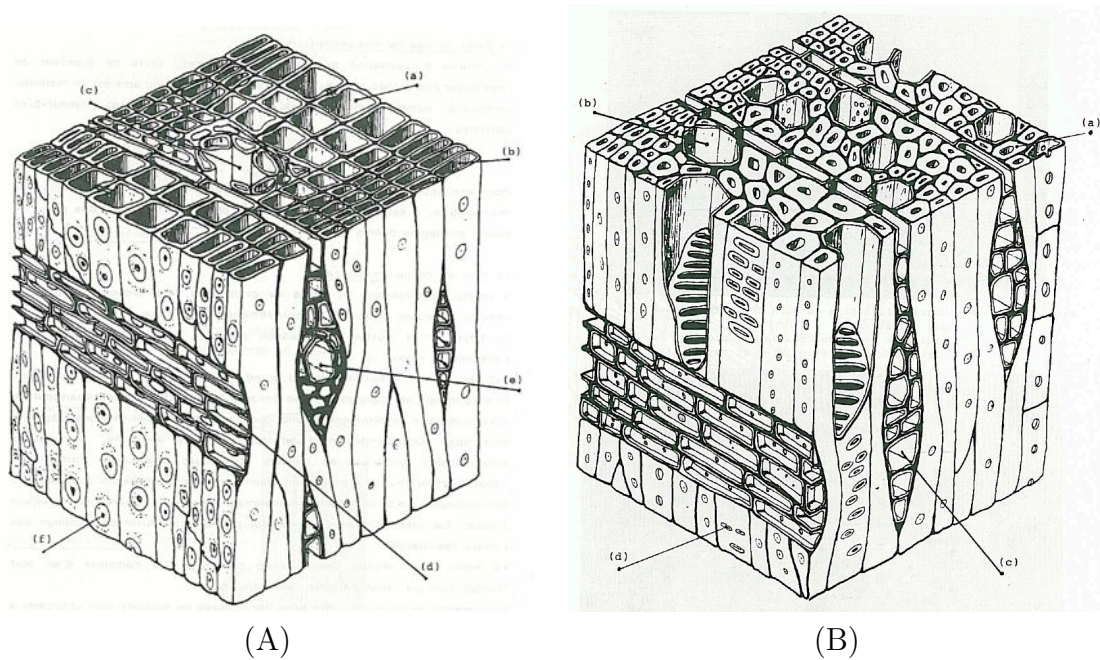


FIGURE 3 – Organisation cellulaire d'un bois de résineux (A) et de feuillu (B) (A.a) Trachéide dans le bois de printemps, (A.b) Trachéide dans le bois d'été, (A.c) Canal résinifère, (A.d) Rayon ligneux, (A.e) Rayon ligneux avec canal résinifère, (A.f) Ponctuation assurant les passages intercellulaires, (B.a) fibres, (B.b) vaisseaux, (B.c) rayons, (B.d) ponctuations (Guitard, 1987).

## Échelle pariétale

A l'échelle de la cellule, la paroi épaisse de quelques micromètres s'organise en couches concentriques autour du lumen (fig. 4).

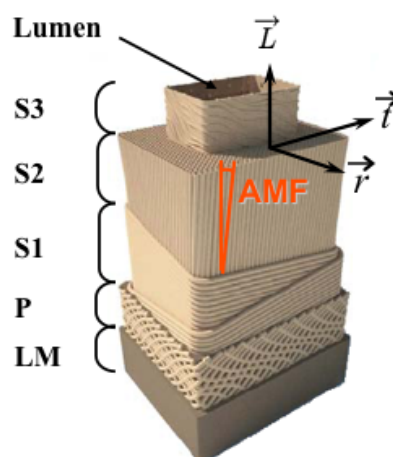


FIGURE 4 – Illustration d'une cellule de bois avec l'organisation des différentes couches de la paroi cellulaire (LM : lamelle mitoyenne, P : Primaire, S : secondaire), représentation de l'angle des microfibrilles (AMF) et du repère d'orthotropie local

On observe grâce entre autres aux microscopes à force atomique :

- la lamelle mitoyenne  $LM$  (d'épaisseur environ quelques micromètres).
- la paroi primaire  $P$  (d'épaisseur environ un dixième de micromètre).
- la paroi  $S_1$  dans laquelle la cellulose organisée en microfibrilles est enroulée sous forme de spirale (tel un ressort) autour du lumen. L'angle formé entre les microfibrilles de cellulose et la direction longitudinale est appelé *angle des microfibrilles* et noté  $\varphi$ . Dans cette couche, l'angle des microfibrilles varie de 40 à 60°.
- la paroi  $S_2$  constitue la majeure partie de la paroi cellulaire (jusqu'à 85% de l'épaisseur). L'angle des microfibrilles varie de quelques degrés à 30°.
- la paroi  $S_3$  est une couche fine où les microfibrilles sont arrangées de façon similaire à la couche  $S_1$ .

Chacune des couches s'apparente à un matériau composite à fibres de cellulose orientées englobées dans une matrice de lignine et d'hémicelluloses (fig. 5a).

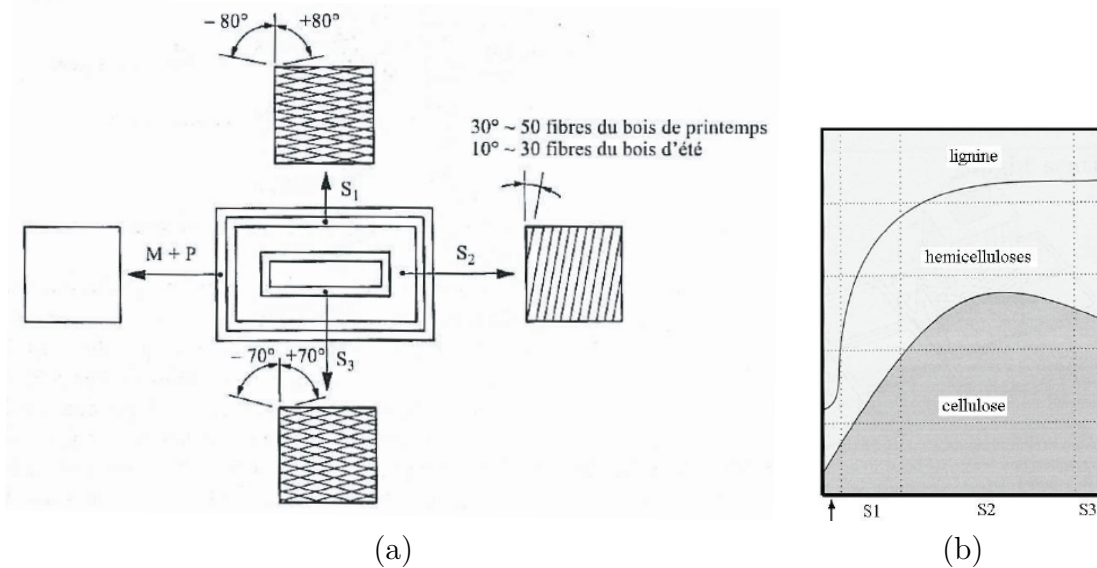


FIGURE 5 – Schématisation (a) de l'arrangement microfibrillaire et de l'angle des microfibrilles au sein des couches secondaires  $S_1$ ,  $S_2$ , et  $S_3$  et (b) de la répartition des constituants dans la paroi cellulaire. (Navi et Heger, 2005)

Les propriétés mécaniques des constituants principaux restent un sujet d'étude central en sciences du bois. On peut toutefois noter différents travaux pour la détermination de la rigidité de la matrice d'hémicellulose ( $E^h \simeq 1$  à 8GPa selon la teneur en eau (Cousins, 1978)), de la lignine ( $E^l \simeq 3$  à 7 GPa selon la teneur en eau (Cousins, 1976)) et de la cellulose cristalline ( $E^c \simeq 134$ GPa (Nishino *et al.*, 1995)).

Dans cette organisation en multi-couches de la paroi cellulaire, la proportion des différents constituants met en évidence l'abondance de la cellulose dans la paroi  $S_2$  (fig. 5b).

## Échelle fibrillaire

La couche  $S_2$  est prédominante dans les propriétés mécaniques longitudinales du bois grâce à sa forte proportion dans la paroi et son abondance en cellulose, constituant le

plus rigide. Au sein des microfibrilles la cellulose s'organise en paquets de nanofibres de section 5 à 7 nm de côté et longues de 10000 à 100000 nm (fig. 6).

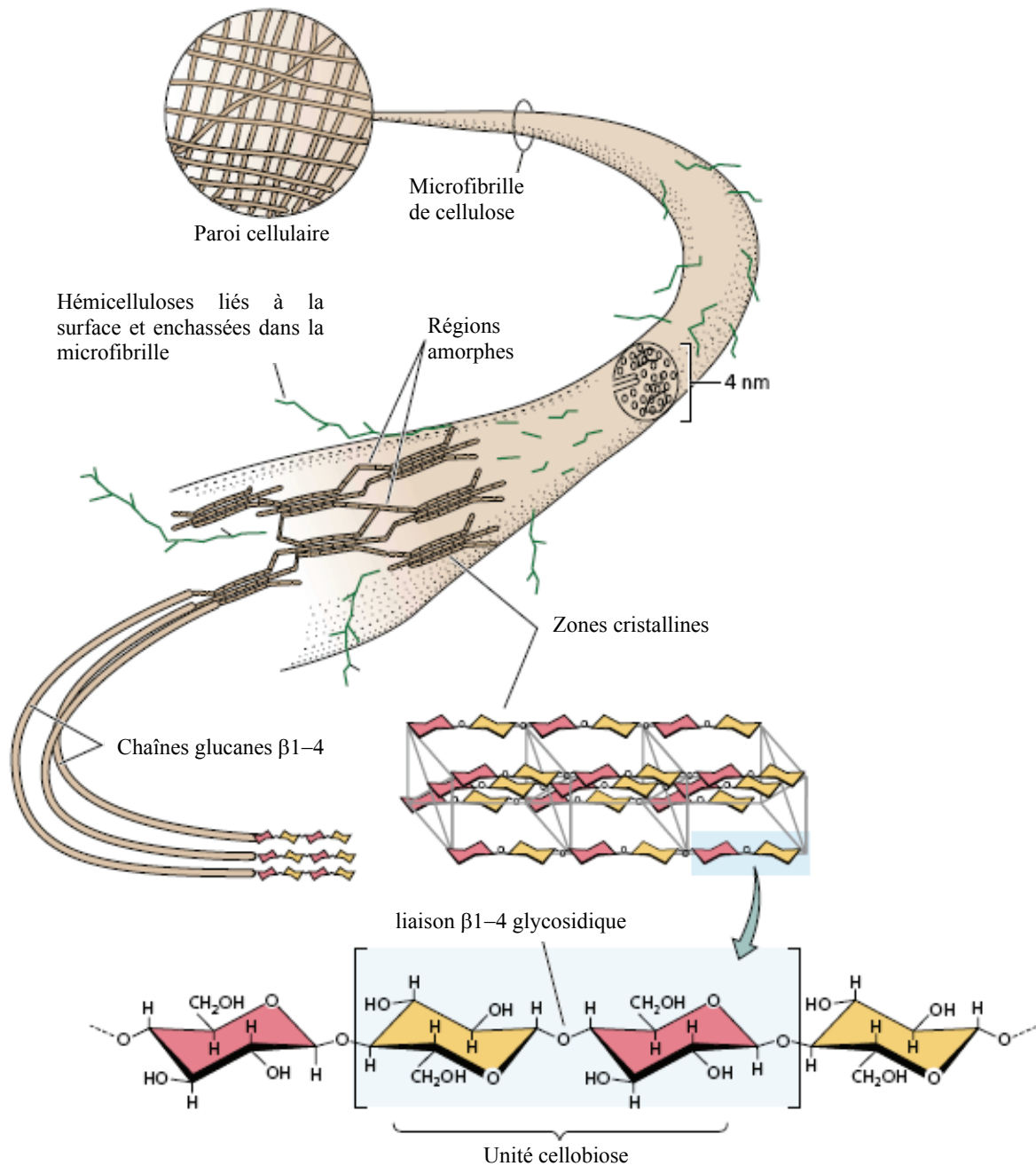


FIGURE 6 – Modèle de structure des microfibrilles de cellulose (Ruelle, 2006)

## Échelle moléculaire

Les nanofibres sont constituées de l'arrangement de « fibrille élémentaire » de cellulose sous forme cristalline (dont le taux de cristallinité peut varier entre 60 et 97%) et de zones de cellulose amorphe (fig. 7).



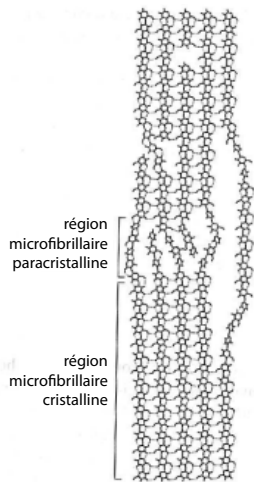


FIGURE 7 – Représentation schématique d'une section longitudinale d'une fibrille élémentaire (Navi et Heger, 2005).

L'arrangement des microfibrilles au sein de la matrice d'hémicellulose et de lignine met en oeuvre des mécanismes complexes en raison de l'organisation en couches concentriques de la paroi (fig. 8).

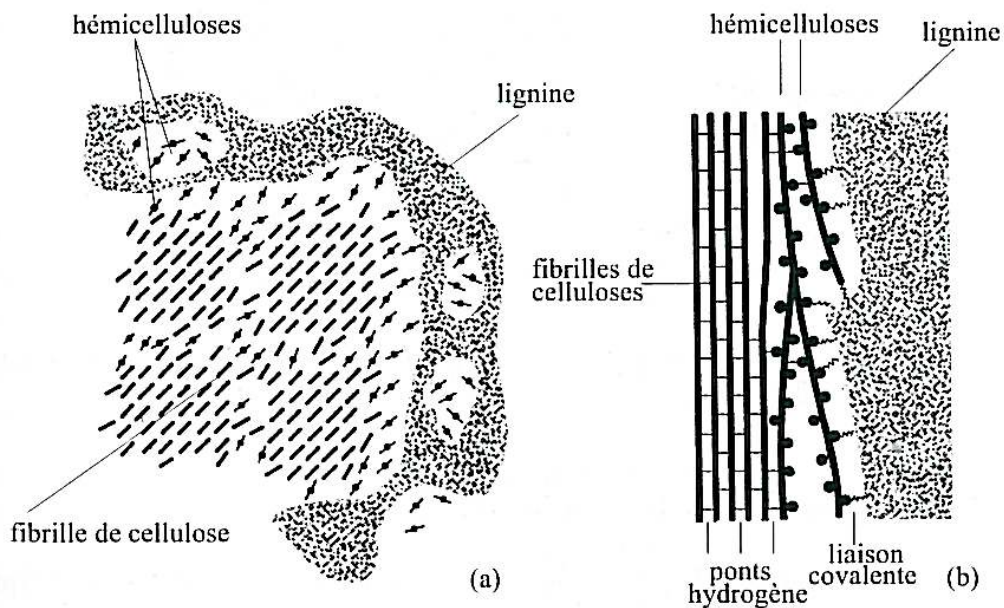


FIGURE 8 – Modèle détaillé de l'association des fibrilles de cellulose, des hémicelluloses et de la lignine dans la paroi à l'état anhydre : (a) section transversale, (b) : section longitudinale (Navi et Heger, 2005).

## 0.2 L'eau dans le bois

### Teneur en eau

Dans le bois, l'eau se présente principalement sous deux formes ; en eau dite « liée » et en eau dite « libre ». Pour quantifier la quantité d'eau présente dans les tissus, la teneur

en eau est définie par la relation :

$$w [\%] = \frac{m_w - m_0}{m_0} \quad (1)$$

avec  $w$  la teneur en eau (en %),  $m_w$  la masse à la teneur en eau  $w$  et  $m_0$  la masse à l'état anhydre.

Sous forme d'eau liée, l'eau est adsorbée par les sites hydroxiles des hémicelluloses et des celluloses.

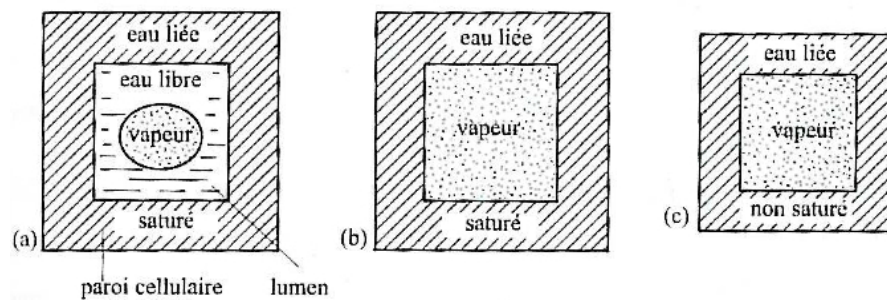


FIGURE 9 – Représentation schématique de trois états différents de l'eau dans le bois : (a) au-dessus du PSF, (b) au PSF, (c) en-dessous du PSF

Dans l'arbre, la teneur en eau du bois est nettement supérieure au point de saturation des fibres (PSF). Le bois est dit à l'état vert. Les lumens peuvent être complètement ou partiellement remplis d'eau libre (fig. 9a). Au point de saturation des fibres, les lumens ne contiennent plus d'eau et les fibres sont saturés. A température ambiante le PSF se situe entre 22 et 40% de teneur en eau (fig. 9b). En dessous du PSF, l'eau se trouve uniquement à l'état liée. Les changements de teneur en eau s'accompagnent de changements dimensionnels (fig. 9c). A l'état anhydre, il n'y a plus d'eau libre ni liée. Il est atteint après séchage à 103°C.

L'anisotropie du comportement hydrique se traduit par des coefficients de dilatation hydriques  $\alpha$  dépendant de la direction avec  $\alpha_T > \alpha_R > \alpha_L$ .

## Isotherme de sorption

Lors de changements de teneur en eau inférieurs au PSF, le matériau atteint une valeur de teneur en eau dite à l'équilibre dépendante de l'humidité relative et de la température de l'air ambiant. Pour une même humidité relative de l'air, cette teneur en eau est supérieure lors d'une phase de séchage (désorption) que lors d'une phase d'humidification (adsorption) (fig. 10).

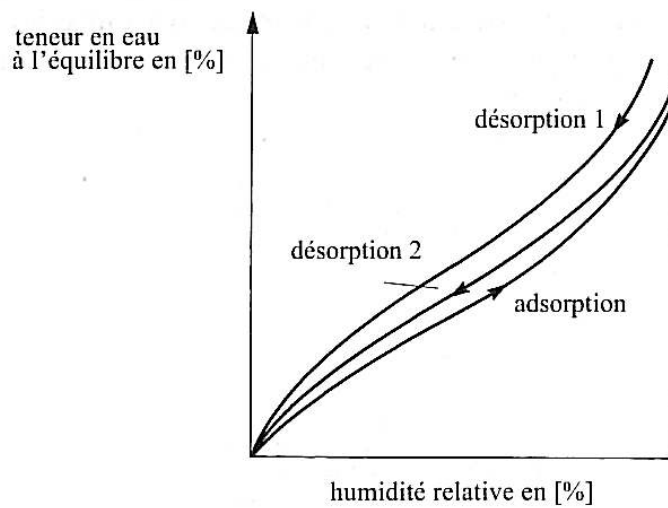


FIGURE 10 – Représentation d'un isotherme de sorption théorique pour le matériau bois

L'augmentation de la température a pour effet de diminuer la teneur en eau à l'équilibre à une humidité relative donnée. Dans ce travail, les effets liés à la température n'ont pas été considérés.

# Description du comportement différé du matériau bois

---

**L**a prise en compte du comportement différé dans les usages du bois est une nécessité. Pour cela, il est nécessaire de quantifier ces phénomènes induits par le temps et/ou l'environnement.

Après un rappel des outils de rhéologie nécessaire à l'analyse de ces phénomènes, le comportement du bois dans la direction longitudinale est étudié dans un cadre isotherme au cours d'essais de fluage à long terme. Le couplage entre le chargement et les changements de teneur en eau est comparé à la description de la cinétique viscoélastique réalisée.



## I.1 Observations sur le comportement différé

Comme décrit précédemment, le bois est principalement constitué de polymères à haut poids macromoléculaires ( $\simeq 95\%$  massique), principalement : la cellulose, hémicellulose et lignine. Ces constituants ainsi que leur organisation induisent des phénomènes dissipatifs associés à l'élasticité que l'on peut traduire par une viscosité. La théorie de la viscoélasticité permet de rendre compte des évolutions réversibles dépendantes du temps. L'identification d'une loi de comportement viscoélastique repose sur des expériences fondamentales statiques ou dynamiques.

### I.1.1 Rappels de rhéologie

Salençon (2009) offre une revue étendue des définitions de ces expériences fondamentales, ici résumées pour un comportement uniaxial statique sous environnement constant (*i.e.* isotherme et isohydrique).

#### I.1.1.1 Expériences fondamentales

Lorsque l'on s'intéresse à l'identification d'une loi de comportement viscoélastique d'un matériau, plusieurs possibilités s'offrent à l'expérimentateur. Les expériences « duales » de fluage et de relaxation peuvent être réalisées, suivies des expériences de recouvrance et d'effacement. Ces deux expériences sont fondamentales pour mettre en évidence le comportement différé d'un matériau. Le chargement appliqué est bien sûr inférieur à la charge à rupture.

##### *Expérience de fluage et de relaxation*

L'expérience de **fluage** consiste à appliquer à partir de l'instant  $t = t_0$  un échelon de contrainte d'amplitude  $\sigma_0$ . L'évolution de la déformation est observée en fonction du temps :

$$\varepsilon(t) = \sigma_0 J(t_0, t; \sigma_0) \quad (\text{I.1})$$

où

$$J(t_0, t; \sigma_0) \begin{cases} = 0 \text{ pour } t < t_0 \\ \text{présente un saut positif pour } t = t_0 \\ \text{est croissante avec } t \text{ pour } t > 0 \end{cases}$$

La fonction  $J(t_0, t; \sigma_0)$  est la fonction de fluage correspondante. Pour  $t = t_0$  un saut correspondant à l'élasticité instantanée du matériau est observée.

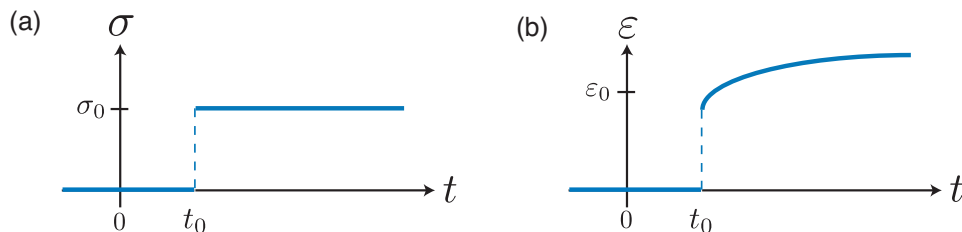


FIGURE I.1 – *Expériences fondamentales de fluage (échelon de contrainte imposé (a) et réponse en déformation (b))*

L'expérience de **relaxation** consiste à appliquer à partir de  $t = t_0$  un échelon de déformation d'amplitude  $\varepsilon_0$ . L'évolution de la contrainte est observée en fonction du temps :

$$\sigma(t) = \varepsilon_0 R(t_0, t; \varepsilon_0) \quad (I.2)$$

où

$$R(t_0, t; \sigma_0) \begin{cases} = 0 \text{ pour } t < t_0 \\ \text{présente un saut positif pour } t = t_0 \\ \text{est décroissante avec } t \text{ pour } t > 0 \end{cases}$$

La fonction  $R(t_0, t; \sigma_0)$  est la fonction de relaxation correspondante. De même pour  $t = t_0$  un saut correspondant à l'élasticité instantanée du matériau est observée.

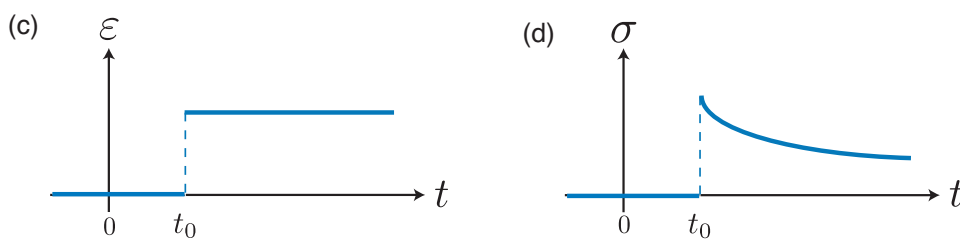


FIGURE I.2 – Expérience fondamentale de relaxation  
(échelon de déformation imposé (c) et réponse en contrainte (d))

### Expériences de recouvrance et d'effacement

Les essais de fluage et de relaxation peuvent être poursuivis par l'enlèvement de la sollicitation imposée. L'expérience de **recouvrance** résulte de l'application d'un créneau de contrainte d'amplitude  $\sigma_0$  entre les instants  $t_0$  et  $t_1$ .

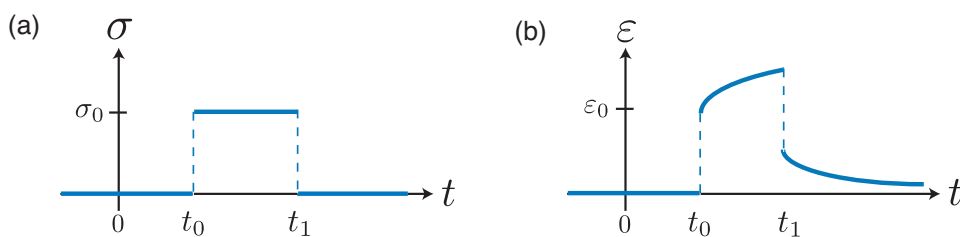


FIGURE I.3 – Expérience fondamentale de recouvrance  
(créneau de contrainte imposé (a) et réponse en déformation (b))

Pour  $t < t_1$ , le fluage observé est similaire à la figure I.1.b. Pour  $t = t_1$ , un retour élastique instantané est observé identique à celui réalisé pour  $t = t_0$ . Le phénomène de recouvrance a lieu pour  $t > t_1$ . Il peut être total lorsque la déformation revient à sa valeur précédant l'instant  $t_0$  ou partiel lorsque une déformation résiduelle demeure (fig. I.3).

L'expérience d'**effacement** résulte de l'application d'un créneau de déformation  $\varepsilon_0$  entre les instants  $t_0$  et  $t_1$ .

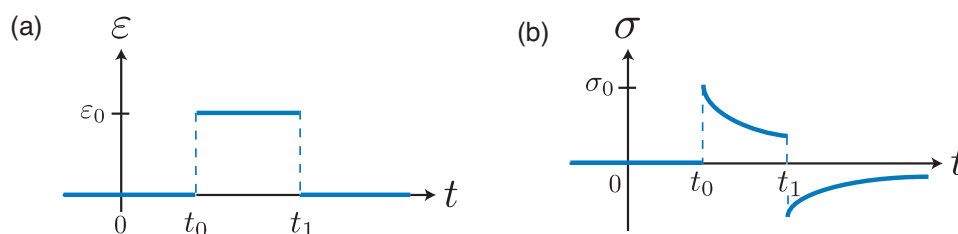


FIGURE I.4 – Expérience fondamentale d'effacement  
(créneau de déformation imposé (a) et réponse en contrainte (b))

Pour  $t < t_1$ , la relaxation observée est similaire à la figure I.2.b. Pour  $t = t_1$ , un retour élastique instantané identique à celui réalisé pour  $t = t_0$ . Le phénomène d'effacement a lieu pour  $t > t_1$  et peut aussi être total ou partiel (fig. I.4).

### I.1.1.2 Comportement linéaire

L'hypothèse de comportement linéaire est souvent associée à des sollicitations faibles, ce qui entraîne à se placer dans le cadre de l'hypothèse de petites perturbations.

#### *Viscoélasticité linéaire*

Un matériau présente un comportement linéaire si la fonction qui lie l'histoire de contrainte  $\sigma$  et l'histoire de déformation  $\varepsilon$  est linéaire. Par exemple, dans un essai de fluage, si l'on considère deux histoires de contrainte  $\sigma_1$  et  $\sigma_2$  et deux histoires correspondantes de déformation  $\varepsilon_1$  et  $\varepsilon_2$ , le comportement est linéaire si la réponse à une combinaison linéaire de  $\sigma_1$  et  $\sigma_2$  est de la forme  $\lambda_1\sigma_1 + \lambda_2\sigma_2$  (avec  $\lambda_1$  et  $\lambda_2 \in \mathbb{R}$ ).

#### *Principe de superposition*

Le principe de superposition (auss appelé principe de Boltzmann) stipule que la superposition des sollicitations implique la superposition homologue des réponses (fig. I.5).

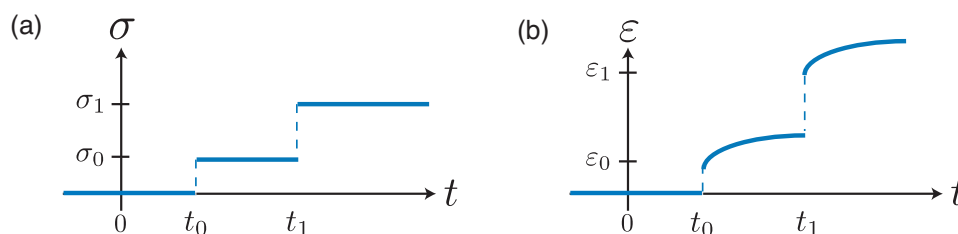


FIGURE I.5 – Illustration du principe de Boltzmann pour une sollicitation de fluage

#### *Matériau non vieillissant*

Un matériau est dit non vieillissant si son comportement ne dépend pas de l'âge du matériau. La fonction qui lie une histoire de  $\varepsilon$  à une histoire de  $\sigma$  est invariante par translation dans le temps.



## I.1.2 Propriétés du comportement du bois

Lorsque l'expérimentateur souhaite mettre en évidence le comportement différé d'un matériau, il fait face à plusieurs interrogations. Comment solliciter le matériau ? Quel niveau de sollicitation y appliquer ? D'autant plus si ce matériau présente des couplages avec son environnement. Comment ces couplages influencent le comportement du matériau ? Comment s'affranchir de ces couplages ou les caractériser ? Autant de questions auxquelles la littérature scientifique apporte des éclaircissements et des éléments de réponse pour le matériau bois.

### I.1.2.1 Premières constatations

L'usage historique du matériau bois par l'Homme en réponse à ses besoins dans des applications diverses a apporté un savoir expérimental. Les principales propriétés du bois (comme par exemple sa rigidité ou son hygroscopie) sont depuis longtemps autant d'atouts que de contraintes auxquels l'Homme utilisant ce matériau a dû s'adapter.

L'apparition des premières revues scientifiques au milieu du XVII<sup>e</sup> siècle et l'essor de la publication scientifique au début du XVIII<sup>e</sup> siècle permettent de trouver les premières observations scientifiques sur les propriétés du bois (Parent, 1707; Bélidor, 1729). Dès 1740, Georges-Louis Leclerc, Comte de Buffon, met en avant l'influence de l'origine biologique du bois sur ses propriétés mécaniques (type de bois, orientation du matériau, variabilité, ...) et détermine la résistance à rupture au cours d'essais flexion, instantanés et différés en fluage, constatant l'influence de la teneur en eau sur la résistance du matériau. Il préconise alors des charges à appliquer en flexion longue durée n'excédant pas 50% de la charge à rupture.

Bien qu'empirique à une époque où la théorie de la résistance des matériaux n'est pas encore complètement établie, son travail précurseur apporte des premiers résultats sur le comportement différé du matériau.

### I.1.2.2 Propriétés du comportement viscoélastique

La nécessité de maintenir un environnement hygrothermique constant rend difficile les expérimentations mettant en évidence le comportement viscoélastique d'un matériau hygroscopique comme le bois. Toutefois plusieurs études menées dans ce but permettent d'établir les principales propriétés du comportement différé du bois.

#### *Mise en évidence expérimentale*

Les essais de fluage sont souvent préférés pour caractériser le comportement différé à long terme. Ce mode de sollicitation est plus cohérent avec les conditions de sollicitation rencontrées dans les usages du bois (par exemple le support du poids propre ou de la charge utile pour les applications en structures). L'équivalence entre les méthodes fluage et relaxation a été démontrée par Grossman et Kingston (1954) pour du bois normal sec à l'air. Bien que quelques essais de relaxation existent (par exemple Grossman (1985)), la mesure de déformation reste expérimentalement plus aisée à mettre en place, notamment via une mesure de déflexion, et se traduit par une littérature majoritairement axée sur des essais de fluage pour analyser le comportement différé du matériau bois.

### *Linéarité du comportement*

Plusieurs auteurs ont montré la linéarité du comportement pour des chargements inférieurs à 40% de la contrainte à rupture (Kingston et Clarke, 1961; Nakai et Grossman, 1983; Mukudai, 1983) ainsi que la validité du principe de superposition (Nakai et Grossman, 1983).

### *Cinétique d'évolution*

Le comportement viscoélastique du bois ainsi que sa dépendance à la température et à l'humidité relative de l'environnement est lié à la nature polymérique de ses constituants. La cinétique de fluage sous environnement constant proche de l'ambient est semblable à celle d'un polymère fortement cristallisé et prend la forme de deux zones approximativement linéaires, dites primaires et secondaires, jointes par une période de transition courbe (Hunt, 2004). L'évolution symétrique vers une limite de comportement après un point d'inflexion au centre de la zone linéaire n'est indiqué qu'à titre hypothétique dans le cas du matériau bois (fig.I.6).

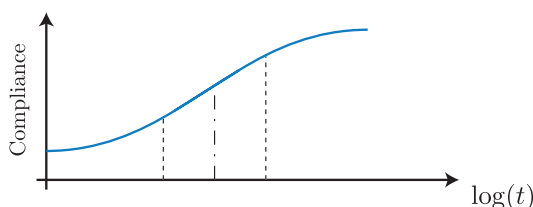


FIGURE I.6 – Courbe théorique d'évolution du comportement sous environnement constant

Les expérimentations sous climat constant (65%HR) menées par Hunt (Hunt, 2001, 2004) font office de « record » de cinétique de fluage viscoélastique avec une durée de  $\log(t) = 6.9$  s soit 13 semaines<sup>1</sup>. Deux phases approximativement linéaires sont nettement identifiables mais aucune évolution vers une limite de comportement n'est observable (fig. I.7).

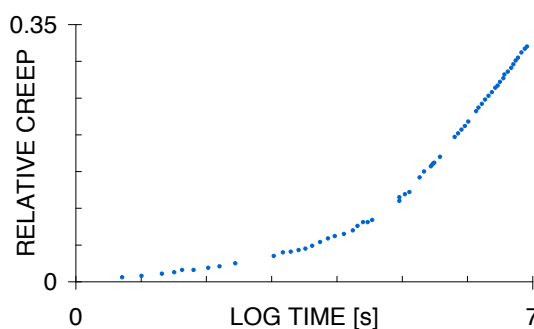


FIGURE I.7 – Evolution du fluage relatif selon le logarithme du temps (Hunt, 2001).

1. Par abus de langage, il sera noté dans tout ce document l'unité du temps servant de référence au calcul du logarithme comme une unité du logarithme. Par exemple ici la notation «  $\log(t) = 6.91$  s » est équivalent à  $t = 10^{6.91}$  s.

### I.1.2.3 Modélisations rhéologiques du comportement viscoélastique

L'usage de modèles rhéologiques permet de représenter les comportements instantanés et différés en combinant des éléments élastiques (ressorts) et visqueux (amortisseurs) (fig. I.8).



FIGURE I.8 – Ressort de rigidité  $E$  [Pa] (gauche) et amortisseur de viscosité  $\eta$  [Pa.s] (droite)

Les modèles les plus couramment utilisés pour décrire le comportement viscoélastique sont présentés ci-après.

#### *Modèles à un temps caractéristique*

##### *– Modèle de Kelvin-Voigt*

Le modèle de Kelvin-Voigt associe en parallèle un ressort de rigidité  $E$  et un amortisseur de viscosité  $\eta$  pour représenter le comportement viscoélastique. Les puissances réversible et dissipée sont définies en séparant la contrainte en une composante réversible (élastique) et une composante irréversible (anélastique).

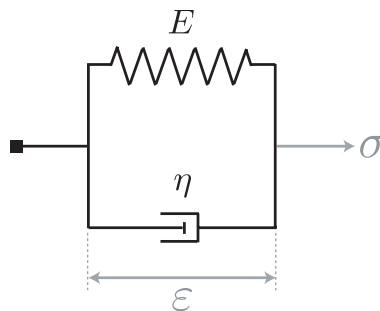


FIGURE I.9 – Illustration d'un modèle rhéologique de Kelvin-Voigt

L'évolution de la complaisance avec le temps est décrite par la relation :

$$J(t) = J \left( 1 - e^{-t/\tau} \right) \quad (I.3)$$

où  $\tau = \eta/E$  est le temps caractéristique [s] et  $J = 1/E$  la complaisance [Pa<sup>-1</sup>]. L'ajout d'un amortisseur en série à un modèle de Kelvin-Voigt permet de représenter le comportement instantané et est appelé modèle rhéologique de Poynting-Thomson (fig. I.10).

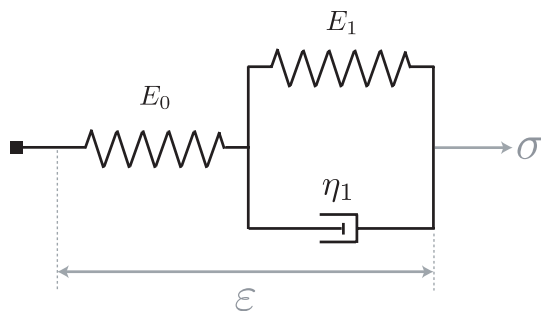


FIGURE I.10 – Illustration d'un modèle rhéologique de Poynting-Thomson

L'évolution de la complaisance est alors décrite de façon analogue avec l'ajout d'un terme instantané :

$$J(t) = J_0 + J_1 (1 - e^{-t/\tau}) \quad (\text{I.4})$$

– *Modèle de Maxwell*

Le modèle de Maxwell associe en série un ressort de rigidité  $E$  et un amortisseur de viscosité  $\eta$  pour représenter le comportement viscoélastique (fig. I.11).

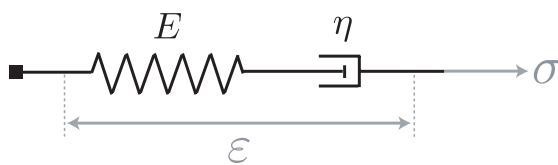


FIGURE I.11 – Illustration d'un modèle de Maxwell

L'ajout d'un amortisseur en parallèle à un modèle de Maxwell permet de représenter le comportement instantané et est appelé modèle rhéologique de Zener (fig. I.12).

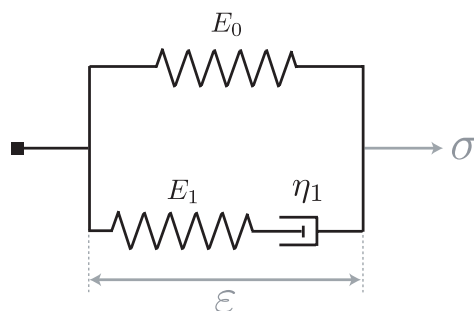


FIGURE I.12 – Illustration d'un modèle de Zener

### *Modèle à plusieurs temps caractéristiques*

Les modèles généralisés permettent de représenter des comportements viscoélastiques complexes mais il est alors nécessaire de déterminer autant de paramètres que d'éléments introduits.

– *Modèle de Kelvin-Voigt généralisé*

Le modèle de Kelvin-Voigt généralisé est constitué de l'association en série de  $N$  modèles de Kelvin-Voigt (fig. I.13).

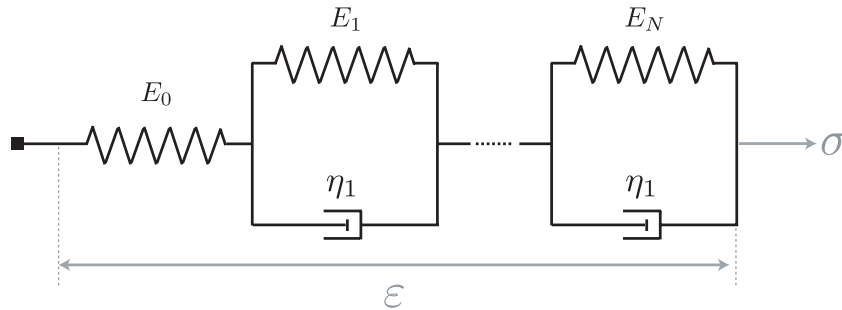


FIGURE I.13 – Illustration du modèle de Kelvin-Voigt généralisé

La complaisance d'un tel modèle est alors la somme des termes du modèle constitutif :

$$J(t) = J_0 + \sum_{i=1}^N J_i (1 - e^{-t/\tau_i}) \quad (I.5)$$

– *Modèle de Maxwell généralisé*

De façon analogue, le modèle de Maxwell généralisé est constitué de l'association en parallèle de  $N$  modèles de Maxwell (fig. I.14).

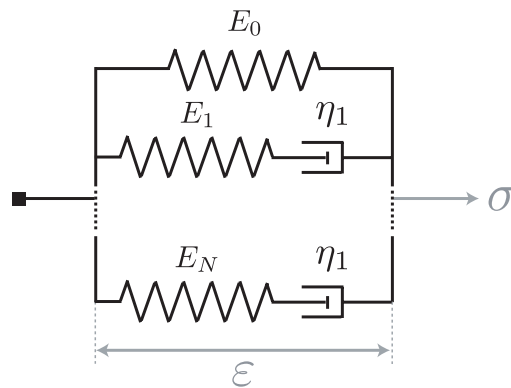


FIGURE I.14 – Illustration du modèle de Maxwell généralisé

**Modèles paraboliques**

La mise en oeuvre et la manipulation des modèles rhéologiques généralisés peut s'avérer complexe. La conceptualisation de modèles dit paraboliques effectuée par Huet (1967) permet de réduire le nombre de paramètres du modèle à déterminer et revient à établir une distribution de forme donnée des paramètres.

– *Mise en oeuvre*

L'amortisseur est remplacé par un élément dit parabolique représenté ci-dessous (fig. I.15) et caractérisé par deux paramètres  $p$  variant de 0 à 1 et un temps caractéristique

$\tau$ . Le ratio  $t/\tau$  est alors remplacé par l'expression  $(t/\tau)^p$ . Par construction, cet élément est équivalent à un ressort pour  $p = 0$  et à un amortisseur pour  $p = 1$ .

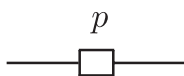


FIGURE I.15 – Illustration d'un élément parabolique

La validité de ces modèles a été montrée lors du fluage de bois sec à l'air dans la direction longitudinale (Huet, 1988) et a permis de discuter la contribution des constituants de la paroi cellulaire (Gril *et al.*, 2004) ou encore l'équivalence temps-température (Dlouhá *et al.*, 2009). Ces modèles ont aussi été appliqués pour décrire le comportement du bois à l'état vert dans les directions transverses durant des essais de relaxation (Bardet, 2001) ou durant des essais de torsion (Vincent *et al.*, 2006).

Cependant l'équivalence mathématique entre un modèle généralisé et son analogue parabolique est loin d'être triviale. Plusieurs travaux (Gril et Hunt, 2001; Bardet et Gril, 2002) ont montré qu'un modèle parabolique pouvait être approché par une distribution gaussienne des complaisances  $J_i$  en fonction des temps caractéristiques  $\tau_i$ . Dans le cas d'un modèle de Kelvin-Voigt généralisé, la distribution s'écrit :

$$J_i = J_I \frac{e^{-\frac{1}{2} \left| \frac{\ln \tau_k - \ln \tau_I}{d} \right|^g}}{\sum_{k=1}^N 2^{-\frac{1}{2} \left| \frac{\ln \tau_k - \ln \tau_I}{d} \right|^g}} \quad (\text{I.6})$$

où  $J_I$  est la somme des  $J_i$ ,  $d$  la largeur du spectre relative au logarithme du temps,  $g$  un paramètre de forme de la distribution et  $\tau_I$  le temps caractéristique au centre de la distribution (fig. I.16).

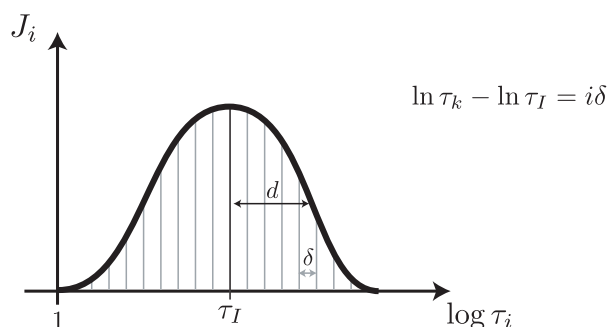


FIGURE I.16 – Illustration de la distribution gaussienne des complaisances (d'après Bardet (2001))

– Représentation dans un plan complexe

L'usage de plans complexes (ou Cole-Cole) est une représentation intéressante des cinétiques viscoélastiques. Cette représentation nécessite la détermination de la complaisance de conservation  $J'$  et de la complaisance de perte  $J''$ . D'après Alfrey (1948), ces deux grandeurs peuvent être estimées par les équations I.7.

$$\begin{aligned} J' &\simeq J(\log(t)) \\ J'' &\simeq \frac{\pi}{2} \frac{1}{\ln(10)} \frac{dJ(\log(t))}{d\log(t)} \end{aligned} \quad (\text{I.7})$$

La correspondance entre un modèle de Kelvin-Voigt généralisé et un modèle de Poynting-Thomson parabolique est illustrée dans le plan complexe en fig. I.17.

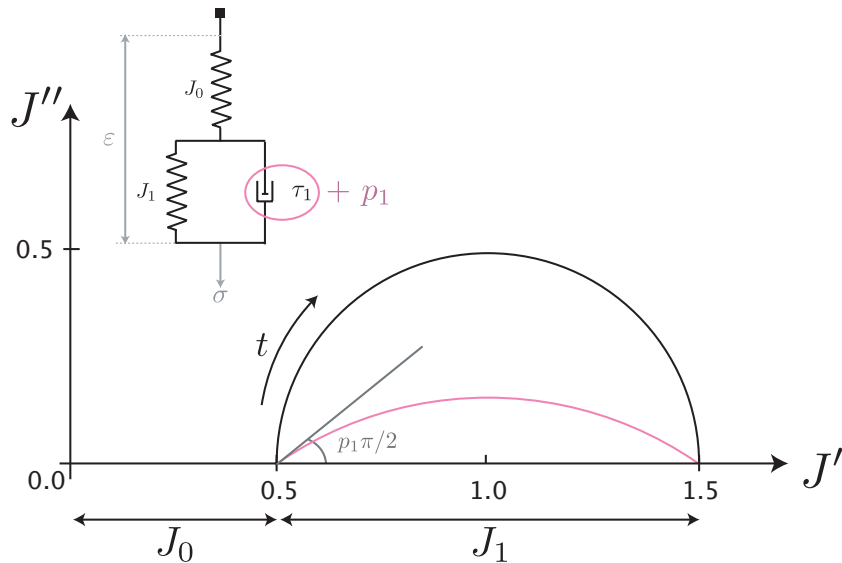


FIGURE I.17 – Correspondance entre un modèle de Kelvin-Voigt généralisé (noir) et un modèle de Poynting-Thomson parabolique (rose) dans le plan complexe (d’après Dlouhá (2009)) avec  $J_0$  et  $J_1$  les complaisances,  $J'$  et  $J''$  les complaisances estimées par les équations d’Alfrey (1948),  $p_1$  le paramètre associé à l’élément parabolique.

Le temps n’est pas le seul paramètre influant dans le comportement du bois. L’environnement hygrothermique modifie les propriétés des constituants et leurs interactions. Au cours des études qui suivent, l’influence de la température sur le comportement n’est pas étudiée. Les essais ont été réalisés dans des conditions isothermes. Seul les effets liés à la teneur en eau du matériau seront décrits.

#### I.1.2.4 L’influence de l’eau sur le comportement viscoélastique

Lorsque la teneur en eau est inférieure au point de saturation des fibres, elle influence le comportement viscoélastique à deux niveaux. La viscosité du bois dépend de sa teneur en eau, mais est aussi très sensible à la variation de la teneur en eau.

##### *Influence sur la cinétique d’évolution*

Le comportement différé du matériau bois est fortement dépendant de sa teneur en eau. Peu d’études de la variation de la cinétique de fluage selon la teneur en eau existent. Il est tout de même intéressant de relever les travaux de Nakano (1999). Les données apportées permettent de quantifier la décroissance du module d’élasticité entre 5 et 22% de teneur en eau ainsi que l’augmentation forte de la complaisance après 300 min de chargement (fig. I.18).

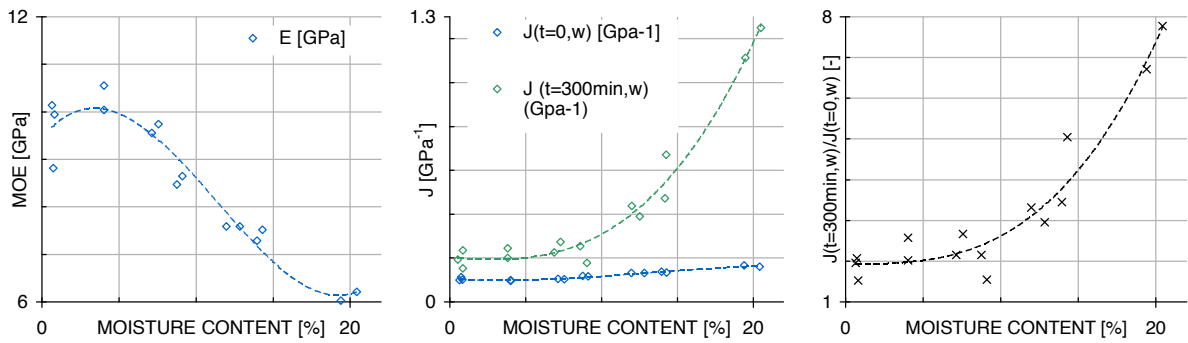


FIGURE I.18 – Evolution du module d'élasticité (gauche), de la complaisance à  $t = 300 \text{ min}$  soit  $\log t = 4.25 \text{ s}$  (milieu) et de la complaisance relative  $J(t = 300 \text{ min})/J(t = 0, w)$  (droite) selon la teneur en eau  $w$  (%) (Nakano, 1999).

Dans ces résultats, le niveau de complaisance relative au module d'élasticité à même teneur en eau est à temps égal sept fois plus élevé pour un fluage humide ( $w \simeq 22\%$ ) que pour un fluage sec ( $w \simeq 0,5\%$ ). Des données complémentaires sont apportées par Matar (2003) en observant l'influence du module spécifique.

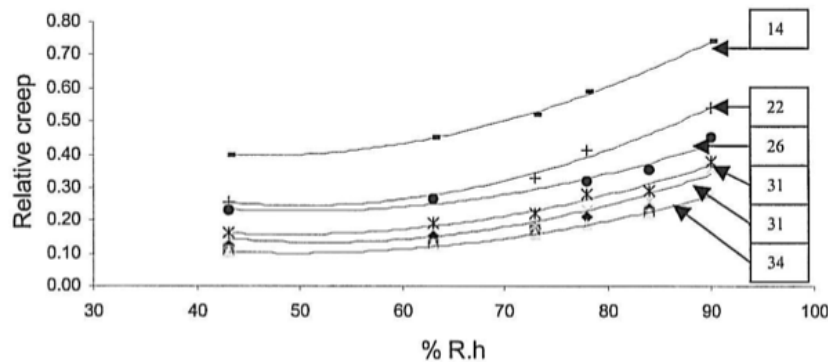


FIGURE I.19 – Evolution du fluage relatif après une semaine (soit  $\log t = 5.78 \text{ s}$ ) selon l'humidité relative  $HR$  [%] pour différents niveaux de module spécifique  $E/\rho$  [GPa] (Matar, 2003)

### Mises en évidences et description de l'effet mécanosorptif

Le deuxième effet créé par l'eau dans le comportement différé est induit lors de variations de la teneur en eau du bois. Les premiers travaux publiés sur l'influence de la variation de la teneur en eau du bois dans son comportement différé ont été réalisés par Armstrong et Kingston en 1960. Au cours d'essais de flexion, ils comparent le fluage d'échantillons de bois maintenus à une teneur en eau constante avec celui d'échantillons pouvant sécher durant l'essai. Le fluage relatif de ces échantillons est au moins deux fois plus important que ceux maintenus à teneur constante.

Ce travail précurseur est détaillé en 1961 par Armstrong et Christensen précisant que cette augmentation est dépendante du taux de sorption et non de la teneur en eau de l'échantillon chargé. Les résultats obtenus (fig. I.20) illustrent les principales caractéristiques de l'influence des phénomènes de sorption sur le comportement mécanique du matériau.



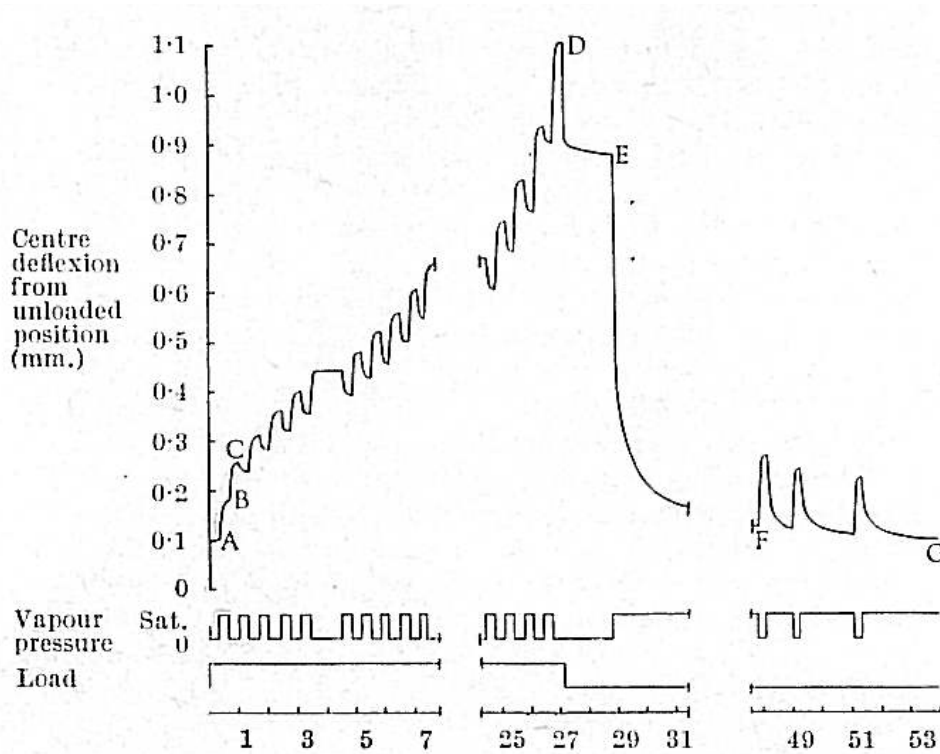


FIGURE I.20 – Effet des changements de teneur en eau sur le fluage d'échantillons en bois sollicités en flexion (Armstrong et Christensen, 1961)

(A : chargement à l'état sec, A à B : première adsorption sous chargement créant une augmentation de la déflexion, B à C : désorption sous chargement créant une augmentation de la déflexion plus faible que durant la première adsorption, C à D : une recouvrance partielle est observée au cours de chaque adsorption et le niveau de déflexion atteint est largement supérieur au niveau que l'on aurait pu atteindre avec une teneur en eau constante même proche du point de saturation des fibres, D à E : déchargement à l'état sec et recouvrance, E à F : recouvrance à l'état humide induisant une large recouvrance, F à G : une faible recouvrance est induite par les cycles de teneur en eau durant la phase de recouvrance et une déflexion permanente est observable).

Après chargement à l'état sec (*i.e.* inférieur au point de saturation des fibres), la première adsorption induit une augmentation de la déflexion. Par la suite, les phases de désorption font augmenter la déflexion et les phases d'humidification créent une diminution. Le cyclage des phases de désorption et d'adsorption crée une augmentation globale du fluage. Des avancées plus détaillées et approfondies de ces caractéristiques sont publiées en 1962 par Armstrong et Kingston après des essais de flexion, mais aussi en traction et en compression à différents taux de contrainte.

La principale conceptualisation du couplage entre les échanges hydriques et le comportement différé a été effectuée par Grossman (1976) qui le formalise sous le terme de *mécanosorption*. Il énonce une propriété majeure du comportement mécanosorptif : son indépendance au temps. Les déformations d'origine mécanosorptives ne sont pas directe-

ment dépendantes du temps mais dépendent de l'incrément du changement de la teneur en eau (Armstrong et Kingston, 1962; Schniewind, 1966). Partant de cette propriété Hunt (1984) introduit une représentation de la déformation en fonction de la teneur en eau, dite trajectoire mécanosorptive. Dans cette représentation il est possible de soustraire les effets d'expansion hydriques (aussi appelée de retrait-gonflement) créés lors des changements de teneur en eau (avec une référence souvent établie à la teneur en eau du bois à l'air ambiant  $w \simeq 12\%$ ) appelés « pseudo fluage ».

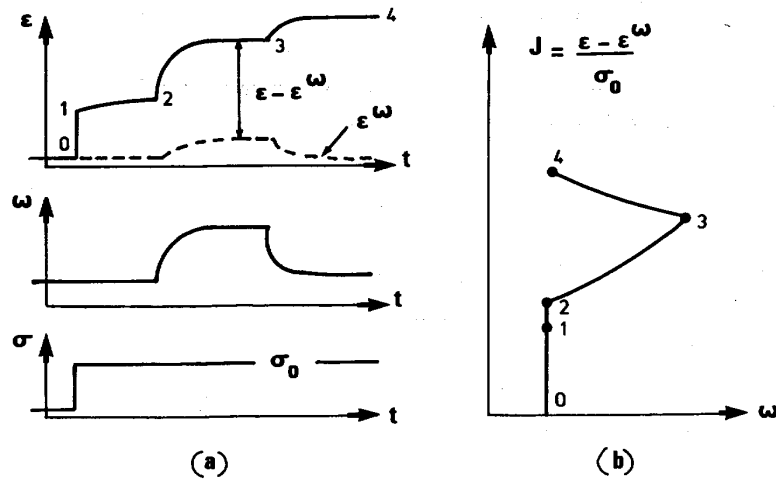


FIGURE I.21 – Construction d'une trajectoire mécanosorptive (Gril, 1988).

(a) Représentation temporelle de la déformation  $\epsilon$ , de l'expansion hydrique  $\epsilon^w$ , du taux d'humidité  $w$  et de la contrainte  $\sigma$  en fonction du temps  $t$ .

(b) trajectoire associée : complaisance  $J$  associée diminuée de l'expansion hydrique  $\epsilon^w$  en fonction de la teneur en eau  $w$ .

Un exemple de résultats représentés sous forme de trajectoire de fluage est donné en figure I.22.

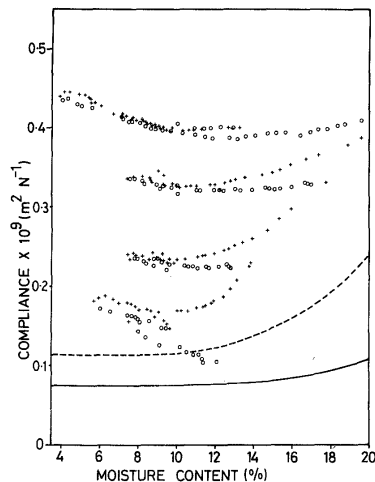


FIGURE I.22 – Exemple de trajectoire mécanosorptive en complaisance  $J$  (Hunt, 1984)

L'influence du taux de chargement sur la réponse mécanosorptive fut observée en 1964 par Hearmon et Paton.

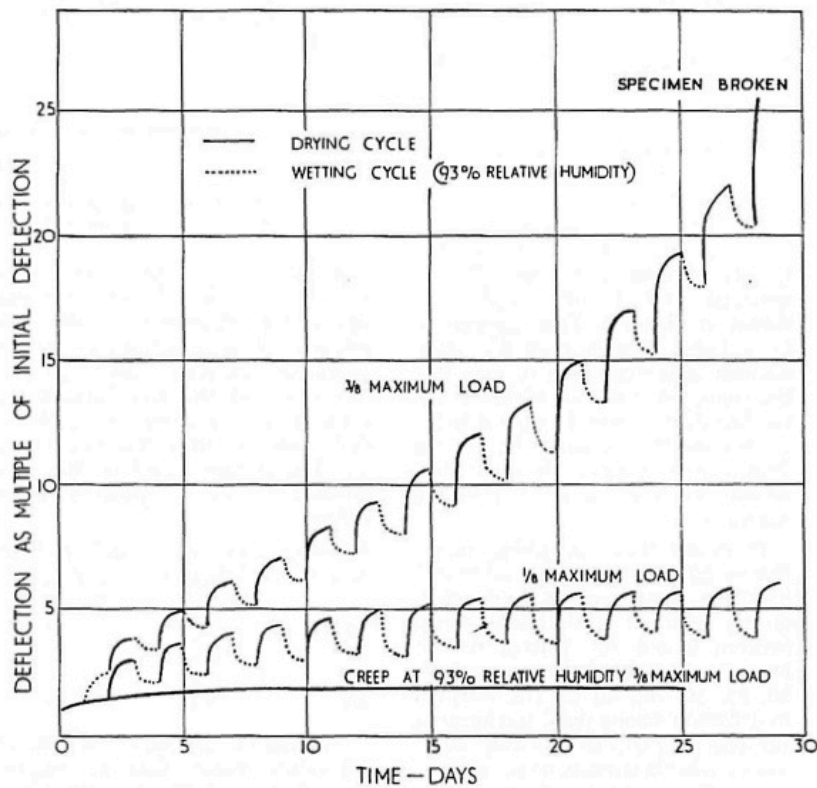


FIGURE I.23 – Evolution de la réponse différé sous environnement constant (93%HR) et variable pour différents niveaux de chargement en flexion 3 points (Hearmon et Paton, 1964)

Leurs résultats montrent que la mécanosorption peut entraîner la rupture de l'échantillon pour un niveau de contrainte élevé (37% de la contrainte à rupture) (fig. I.23). Pour un niveau de contrainte plus faible (12% de la contrainte à rupture) cet effet tend à se stabiliser.

### Modélisations

Les premiers travaux visant à modéliser le comportement mécanosorptif datent des années 1970. Dans ce but, deux approches différentes se distinguent. Il ne sera pas détaillé ici leur mise en oeuvre mais uniquement les concepts principaux associés à ces modèles (cf. Navi et Heger (2005)).

#### Modèles à activation indépendante

Les premiers modèles mis en oeuvre sont basés sur un découplage des phénomènes physiques. Dans le cas d'un essai de fluage par exemple, les déformations d'origine viscoélastique et les effets mécanosorptifs sont vus comme faiblement couplés. La réponse est donc la somme des contributions :

$$\varepsilon(t) = \varepsilon^e(t) + \varepsilon^{ve}(t) + \varepsilon^{ms}(t) + \varepsilon^w(t) \quad (I.8)$$

avec  $\varepsilon^e$  la déformation élastique instantanée,  $\varepsilon^{ve}$  la déformation viscoélastique,  $\varepsilon^{ms}$  la déformation mécanosorptive, et  $\varepsilon^w$  la déformation d'origine hydrique. Plusieurs modèles ont été mis en place dans cette approche (Leicester (1971); Ranta-Maunus (1975); Hunt (1989); Toratti (1991a); Mårtensson (1994), ...).

#### *Modèles à activation combinée*

Ces modèles considèrent une interaction forte entre les mécanismes viscoélastiques et mécanosorptifs. La décomposition des phénomènes fait intervenir un terme de couplage :

$$\varepsilon(t) = \varepsilon^e(t) + \varepsilon^{ve+ms}(t) + \varepsilon^w(t) \quad (\text{I.9})$$

avec  $\varepsilon^{ve+ms}$  la déformation viscoélastique induite par l'effet du temps et des changements de teneur en eau. Plusieurs modèles existent sur ce principe (Gril (1988); Hanhijärvi (1995); Husson *et al.* (2009), ...).

Ces modèles sont basés sur des considérations phénoménologiques macroscopiques ou sur des considérations et des interprétations physiques de la microstructure et de la structure moléculaire du bois. Les résultats expérimentaux ne permettent pas d'établir un consensus sur ces deux approches.

### **I.1.3 L'identification d'un comportement limite**

L'état limite considéré ici est défini lors de l'unique présence de déformations réversibles (dites déformation de pseudo-fluage) pour des conditions limites et sthéniques données. L'idée d'accélération induite par des phénomènes de sorption pose directement plusieurs questions autour de l'évolution du matériau vers un état limite. Hunt (1999) voit les comportements viscoélastique et mécanosorptifs comme deux moyens différents d'atteindre une même réponse.

#### **I.1.3.1 Autour de son existence**

En 1978, Arima et Grossman (1978) accélèrent la recouvrance au moyen de cycles de sorption. Ces travaux inspirent à Hunt et Shelton (1987) de « jouer » sur la contrainte pour mettre en avant l'apparition d'un état limite de fluage suite à une histoire particulière de chargement. La description de la mise en oeuvre de l'état limite est ensuite réalisée en compression et en traction (Hunt et Shelton, 1988)

Les travaux de Toratti (1991b) puis les essais réalisés par Mohager et Toratti (1993) durant plusieurs années avec des cycles variant de 90% à 15% remettent en question l'existence d'un état limite de déformation mécanosorptive sous chargement constant inférieur à la limite de linéarité mécanosorptive mis en évidence par Hearmon et Paton (1964) (fig. I.24).

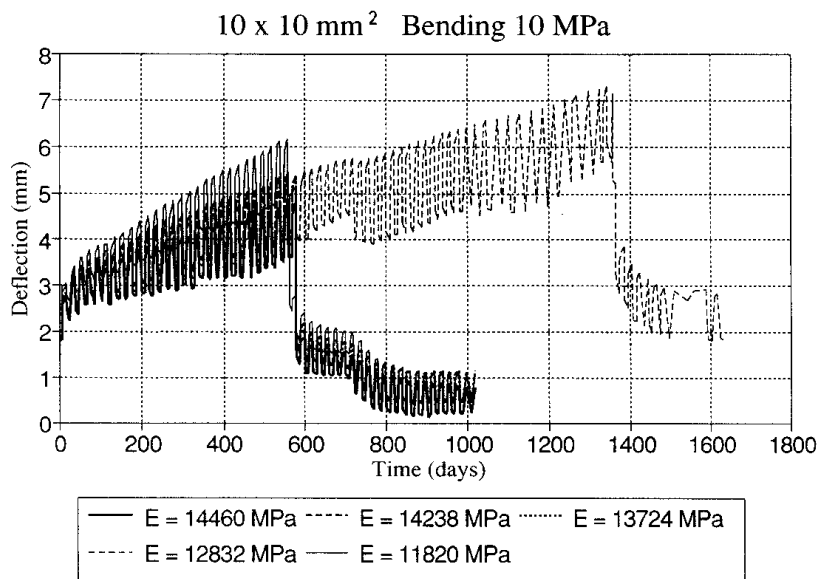


FIGURE I.24 – Résultats expérimentaux illustrant l'évolution de la déflexion d'échantillons de section  $10 \times 10 \text{ mm}^2$  en flexion sous une contrainte de 10 MPa de fluage et de recouvrance soumis à des cycles de 20 jours allant de 15 à 90% (Mohager et Toratti, 1993).

Cependant, il n'est pas donné dans ces travaux d'informations sur la teneur en eau des échantillons. Il est probable d'après leur géométrie qu'un gradient de sorption ait lieu au sein des échantillons sans atteindre une teneur en eau d'équilibre au cours du cycle.

L'évolution du comportement différé sous climat variable reste une question ouverte. Les résultats de Mohager et Toratti (1993) semblent montrer l'inexistence d'une limite de comportement pour une contrainte constante inférieure à la limite de linéarité mécano-sorptive, bien que des changements de chargement tendent à stabiliser la réponse différée (Hunt et Shelton, 1988). Par conséquent, les normes de conception de structures bois ne s'appuient sur aucune de ces deux visions. Elles mettent en oeuvre un coefficient de sécurité, appelé  $k_{def}$ , limitant la conception des éléments structurels mis en oeuvre par rapport à leur comportement élastique instantané.

### I.1.3.2 L'application des codes de construction Européens (Eurocodes)

Le comportement différé des bois utilisés en structure est relativement mal connu par les professionnels du bois et se traduit par un surdimensionnement des ouvrages. On est passé des normes C.B.71 aux Eurocodes qui s'appuient sur des calculs aux états limites. L'entrée en vigueur des Eurocodes 5 est un défi important pour l'ensemble des acteurs de la construction bois. A l'intérêt d'une harmonisation des règles de conception entre les différents pays de l'Union Européenne s'ajoutent de nombreuses avancées scientifiques pouvant donner un nouvel essor au matériau bois par rapport aux matériaux concurrents. Les durées de chargement sont établies avec les domaines temporels donnés dans le tableau I.1.

Classe de durée de chargement	Ordre de grandeur de la durée de charge caractéristique	Exemples de chargement
Permanent	plus de 10 ans	poids propre
Long terme	6 mois – 10 ans	stockage
Moyen terme	1 semaine – 6 mois	charge d'occupation, neige
Court terme	moins d'une semaine	neige, vent
Instantané		vent, action accidentelle

TABLE I.1 – Classes de durée de chargement et exemples d'affectations

La prise en compte des états limites de service spécifie les limites appropriées de la déformation de la structure résultant d'effets d'actions et de l'humidité. Pour une action permanente, la déformation finale est estimée à partir de la déformation instantanée :

$$\varepsilon = \varepsilon_0 (1 + k_{def}) \quad (\text{I.10})$$

Les structures doivent être affectées à l'une des classes de service détaillées ci-dessous :

- Classe de service 1 : « l'humidité dans le matériau correspondant à une température de 20°C et une humidité relative de l'air environnant ne dépassant 65% que quelques semaines par an » (soit une teneur en eau à l'équilibre du bois massif de résineux de 12%).
- Classe de service 2 : « l'humidité dans le matériau correspondant à une température de 20°C et une humidité relative de l'air environnant ne dépassant 85% que quelques semaines par an » (soit une teneur en eau à l'équilibre du bois massif de résineux de 20%).
- Classe de service 3 : « conditions climatiques amenant des taux d'humidité supérieurs à ceux de la classe de service 2 ».

Les valeurs de  $k_{def}$  sont données dans le tableau I.2.

Matériau	Norme	Classe de service		
		1	2	3
Bois massif	EN14081-1	0.6	0.8	2

TABLE I.2 – Valeurs de  $k_{def}$  pour des éléments de bois de section rectangulaire

Le comportement mécanosorptif du matériau bois est pris en compte dans la note : « Pour du bois qui est installé à un taux d'humidité égal ou proche du point de saturation, et qui est susceptible de sécher sous charge, il convient d'augmenter les valeurs de  $k_{def}$  de 1,0 » (norme EN1408-1).

La représentation des concepts mis en oeuvre dans les Eurocodes peut se représenter dans les trajectoires de fluage (fig. I.25).

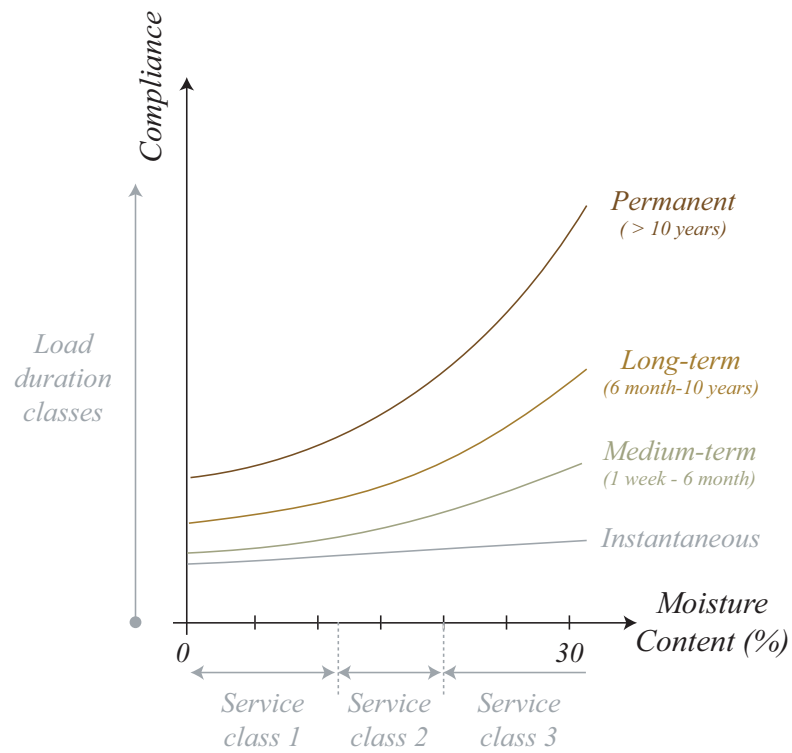


FIGURE I.25 – Evolution de la durée de chargement suivant la classe de service représentée en analogie avec les trajectoires de fluage (d'après Matar (2003)).

## **I.2 Programme de recherche**

À ce jour, plusieurs éléments restent sujet à questionnement dans la communauté scientifique dans une approche phénoménologique du comportement différé.

Les expérimentations connues à ce jour n'ont pu mettre en évidence que les deux premières phases de la réponse viscoélastique du matériau bois. Une première phase non linéaire de quelques minutes après le chargement et une seconde linéaire en logarithme du temps sur quelques semaines dont la pente est plus élevée. L'identification d'une réponse viscoélastique à long terme va être étudiée au moyen d'expérimentations en environnement stabilisé. La modélisation de ce comportement au travers de modèles paraboliques permettra son extrapolation à des temps infinis.

La dépendance du comportement viscoélastique à la teneur en eau du bois est un facteur influent avéré. Cependant l'influence de la teneur en eau sur la cinétique de fluage n'est pas encore clairement établie et va être l'objet d'une attention particulière.

Le couplage entre les comportements viscoélastiques et mécanosorptifs passe par la description des phénomènes de sorption après chargement, ainsi que lors des cycles successifs. Dans cette première partie, l'étude phénoménologique de ces comportements couplés entre les comportements viscoélastiques et mécanosorptifs va être étudiée au moyen d'expérimentations de fluage dans un environnement régulé en se limitant au cas isotherme.



### I.3 Mises au point et installations expérimentales

Beaucoup de mises au point expérimentales ont été réalisées au Laboratoire de Mécanique et Génie Civil pour créer des conditions nécessaires à l'analyse des comportements différés sous environnement régulé.

#### I.3.1 Essais préliminaires

Les premiers essais consistaient à positionner 6 échantillons en série sollicités en flexion 4 points avec des conditions d'appuis très simples. La variabilité du bois impose à l'expérimentateur de réaliser des mesures sur plusieurs échantillons dans des conditions le plus similaires possibles. Plusieurs auteurs ont déjà expérimenté cet arrangement (Toratti (1988), Bengtsson (2001)). Ce mode d'expérience avait été initié au LMGC avec Florent Lyon au cours de sa thèse pour une étude qualitative de l'influence de traitements chimiques sur la résistance à la flexion pour différents taux d'humidité.

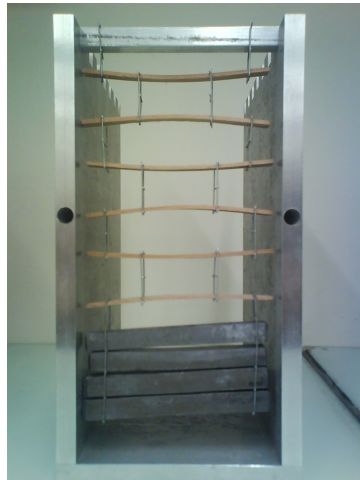


FIGURE I.26 – Photographie du dispositif avec arrangement en série des échantillons

La régulation de l'humidité était réalisée au moyen de solutions saturées en sels dans des boîtes hermétiques sans régulation thermique. La mesure de l'environnement est faite par des capteurs hygrothermiques (Onset Hobo Data Logger U12-013, précision  $T \pm 0.35^\circ\text{C}$  et  $\pm 2\%\text{HR}$ ) fournis calibrés. Ces capteurs sont régulièrement contrôlés au moyen de solutions salines saturées pour vérifier une éventuelle dérive de la mesure. A chaque mesure de déformations, les échantillons étaient retirés de leur environnement et scannés pour établir leur déflexion permanente.

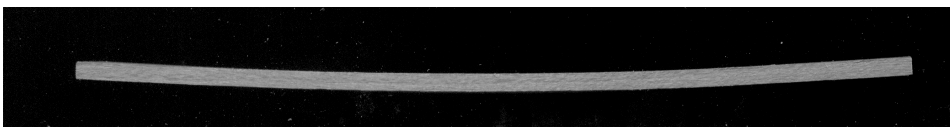


FIGURE I.27 – Image établie par scanner de la tranche d'un échantillon sollicité

Cette solution, bien qu'intéressante par la quantité d'information que peut fournir l'analyse d'image, ne permet pas un suivi aisé de la déformation des échantillons. A chaque mesure de la déformation, l'essai est « perturbé » par de possibles changements d'environnement et/ou de conditions d'appuis et la détermination de la teneur en eau même ponctuelle est impossible car elle perturberait l'environnement de l'essai. De plus, l'absence de régulation précise de l'environnement ne permet pas d'analyser suffisamment précisément les phénomènes qui nous intéressent.

Cette première expérience a permis de mettre en avant les difficultés expérimentales à résoudre pour analyser le comportement différé sous environnement contrôlé.

### I.3.2 Installations expérimentales

Plusieurs installations expérimentales ont été exploitées pour solliciter le matériau et mesurer sa réponse lors d'un chargement mécanique et/ou hygroscopique.

#### I.3.2.1 Régulation de l'environnement

L'usage d'une enceinte climatique s'est imposé comme une nécessité pour la stabilisation et le contrôle de l'environnement. Les expérimentations ont été réalisées dans une enceinte BIA disponible au LMGC dont l'humidité est générée par bain d'eau et mesurée par une sonde psychrométrique. Plusieurs interventions ont été nécessaires afin de favoriser son maintien de consigne, sa stabilité à haute humidité, et minimiser les pannes liées à l'utilisation intensive envisagée (notamment l'installation d'une alimentation en eau douce). Cette enceinte permet des expérimentations dans un environnement allant de 20 à 98% et de 5 à 90°C et dispose d'un passe-fil et de deux passe-bras pour manipuler les objets au sein de l'enceinte sans perturber notablement l'environnement.



FIGURE I.28 – Enceinte climatique BIA du Laboratoire de Mécanique et Génie Civil

Une seconde enceinte climatique WEISS (remise en état fin 2009, 20 à 92%HR, -40 à 180°C) a aussi été mise à disposition et équipée pour réaliser des expérimentations ana-

logues. D'un volume plus grand (540L), elle possède une cinétique d'évolution plus rapide. Toutefois, son absence de passe-bras rend les expérimentations plus délicates à réaliser. La mise en place d'une contre-porte avec des passe-bras est en cours de réalisation.

### **I.3.2.2 Mesure de l'environnement**

Le capteur hygrothermique (Onset Hobo Data Logger U12-013) a permis de mesurer la température et l'humidité relative au plus près des échantillons et quantifier le temps de réponse de l'enceinte climatique lors de changements des valeurs de consigne en température et en humidité. Ce capteur est adapté pour résister à l'environnement dans la gamme de l'enceinte. Il offre la particularité d'un stockage autonome des données, d'une programmation simple, et d'un interfaçage aisé pour une précision adaptée à nos besoins.

### **I.3.2.3 Mesure de la masse des échantillons**

La teneur en eau des échantillons présents dans l'enceinte a été évaluée par des mesures occasionnelles de la masse d'échantillons similaires sur une balance précise à 0,1 mg (Sartorius d=0,1mg, p=110g). La similarité des échantillons est un point important qui est à étudier lors chaque expérimentation. Ces échantillons ont été pesés hors de l'enceinte et subissaient donc un court échange avec l'environnement extérieur. Toutefois cet échange est identique à chaque mesure et nuit faiblement à la détermination de la teneur en eau.

Plusieurs essais infructueux de mesure en continu de la masse de ces échantillons ont été tentés. La mesure par pesée inversée sur une balance du poids d'un échantillon similaire dans une enceinte climatique régulée s'est avérée impossible à cause du système de ventilation et des vibrations créées par les compresseurs des enceintes. Une tentative de pilotage de la régulation de l'enceinte en fonction de la teneur en eau mesurée a été aussi abandonnée en raison de la difficulté de manipulation des commandes d'interfaçage de l'enceinte et reste une perspective expérimentale à ce travail.

### **I.3.2.4 Dispositif de sollicitation**

Durant les phases préliminaires, six échantillons étaient positionnés en série. Ce nombre élevé d'échantillons en série créait une accumulation des défauts de positionnement pour les échantillons localisés en bas pouvant induire un contact avec les supports et/ou ne plus être sollicités correctement. Il a été alors nécessaire de réduire leur nombre à deux pour palier ce problème et faciliter la mise en place du dispositif en présence des jauges de déformation.

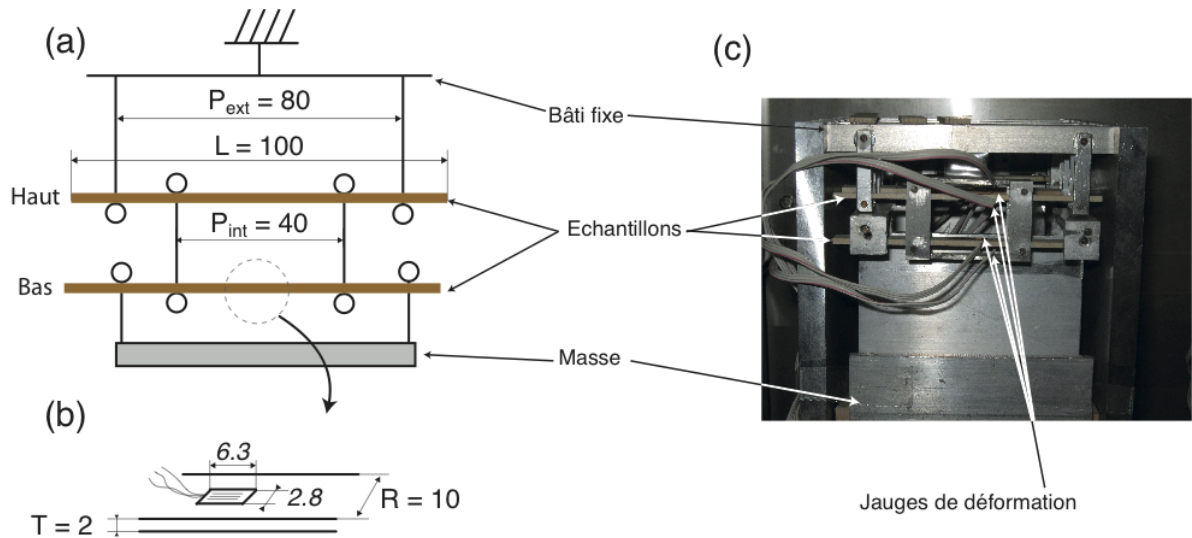


FIGURE I.29 – Disposition en série de deux échantillons de dimension  $L=100 \times R=10 \times T=2 \text{ mm}^3$  soumis à une sollicitation de flexion 4 points centrée de portée extérieure  $P_{ext}=80 \text{ mm}$  et intérieure  $P_{int}=40 \text{ mm}$  (a) avec mesure des déformations par jauges de longueur 6.3 mm et de largeur 2.8 mm (b) et masse en plomb mis en position dans un bâti fixe (c).

Le dispositif de flexion a été conçu pour des échantillons de longueur 100 mm et d'épaisseur inférieure à 3 mm. La portée intérieure est de 40 mm et la portée extérieure est de 80 mm. Les appuis sont cylindriques de diamètre 2 mm permettant de limiter l'indentation des échantillons. Les mouvements hors du plan de déflexion des échantillons sont empêchés. Afin d'éviter d'éventuels contacts entre les échantillons, l'espacement a été déterminé à partir de la déflexion théorique à rupture. La contrainte est appliquée via des masses en plomb. Les vibrations induites par l'enceinte climatique ne sont pas un obstacle durant ces essais. Durant ces expérimentations, Hunt équipait ces bâtis d'électroaimants pour faire vibrer légèrement l'échantillon afin d'éviter des déformations bloquées sous les appuis. Les vibrations de l'enceinte permettent de s'affranchir de cet équipement électronique peu compatible avec des expérimentations sous haute humidité. A la fin des expériences, aucune trace d'indentation n'a été observée sur les échantillons.

### I.3.2.5 Mesure des déformations

La détermination du champ de déformation unidirectionnel est établie par la mesure des déformations sur chaque face des échantillons. Deux jauges équipent donc chaque échantillon. On se place ici sous l'hypothèse de Bernoulli, *i.e.* la condition que les sections restent planes et orthogonales à la ligne moyenne lors de la déformation. Cette condition est à l'origine de la relation affine entre la déformation et la position dans l'échantillon (fig. I.30). Le champ de déformation unidirectionnel créé dans la zone de flexion pure est quantifié à partir de deux grandeurs :

- la déformation moyenne  $\tilde{\varepsilon} = \frac{\varepsilon^+ + \varepsilon^-}{2}$  relative à l'expansion hydrique longitudinale et dépendante d'une éventuelle différence de réponse en traction et en compression.
- la déformation différentielle  $\varepsilon = \frac{\varepsilon^+ - \varepsilon^-}{2}$  exprimant la différence de déformation entre les faces et reliée à la courbure des échantillons.

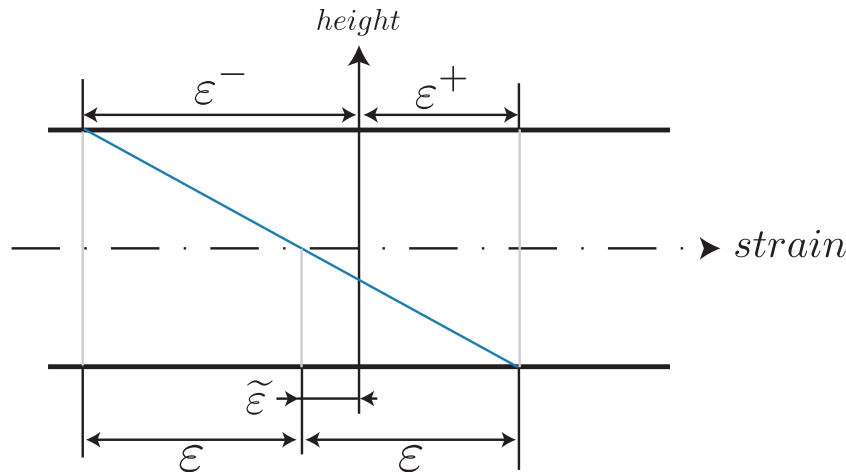


FIGURE I.30 – Illustration du gradient de déformation au sein de l'épaisseur de l'échantillon lors d'essai de flexion (cas d'une courbure convexe avec linéarité du comportement)

Beaucoup d'auteurs ayant réalisé des essais de flexion mesurent la flèche des échantillons au moyen de comparateurs ou de capteurs de déplacement. Les résultats obtenus sont présentés en flèche relative. Via les hypothèses de la résistance des matériaux, la détermination de la déformation relative  $\varepsilon^{relatif} = \varepsilon(t)/\varepsilon(t = 0s)$  est possible en admettant implicitement une réponse mécanique identique en traction et compression. Cependant le niveau de contrainte appliqué pour déformer l'échantillon n'est pas toujours indiqué, rendant ainsi difficile les comparaisons entre les différentes publications.

Lors des expérimentations menées ici, la mesure de déformation a été réalisée via des jauges de déformation à compensation de température (KYOWA KFG-2-120-C1-11-L1M3R) collées à la surface des échantillons (Superglue Loctite Cyanoacrylate). Chaque jauge est montée en quart de pont sur l'enregistreur à 20 voies d'acquisition (TML TDS-102-20). La mesure des déformations par jauge permet une mesure en continu des déformations sans nécessité de perturber l'environnement pour effectuer des mesures. Les données sont stockées dans l'enregistreur, transférées manuellement sur un ordinateur relié et sauvegardées sur un espace réseau. Le pont de jauge est à fonctionnement continu dès l'alimentation électrique pourvue. Bien que ce mode de transfert soit contraignant en raison des coupures de transfert lors de la mesure, il permet de s'affranchir d'une alimentation en continu de l'ordinateur de stockage. Un stockage en temps réel sur espace réseau reste une perspective expérimentale à mettre en place.

### I.3.3 Histoires hygromécaniques préparatoires

Plusieurs essais préparatoires ont été nécessaires à la mise au point d'un protocole d'étude complet. Une phase préliminaire ayant pour objectif de tester la linéarité de la réponse viscoélastique et le principe de superposition avait mis en évidence la nécessité de réaliser plusieurs cycles d'acclimatation (sans chargement mécanique) (fig. I.31a) ainsi que les précautions de mise en place des échantillons dans les bâtis (fig. I.31b). De plus, une panne de l'enceinte de  $t \simeq 218h$  à  $t \simeq 408h$  a perturbé l'environnement hygrométrique.

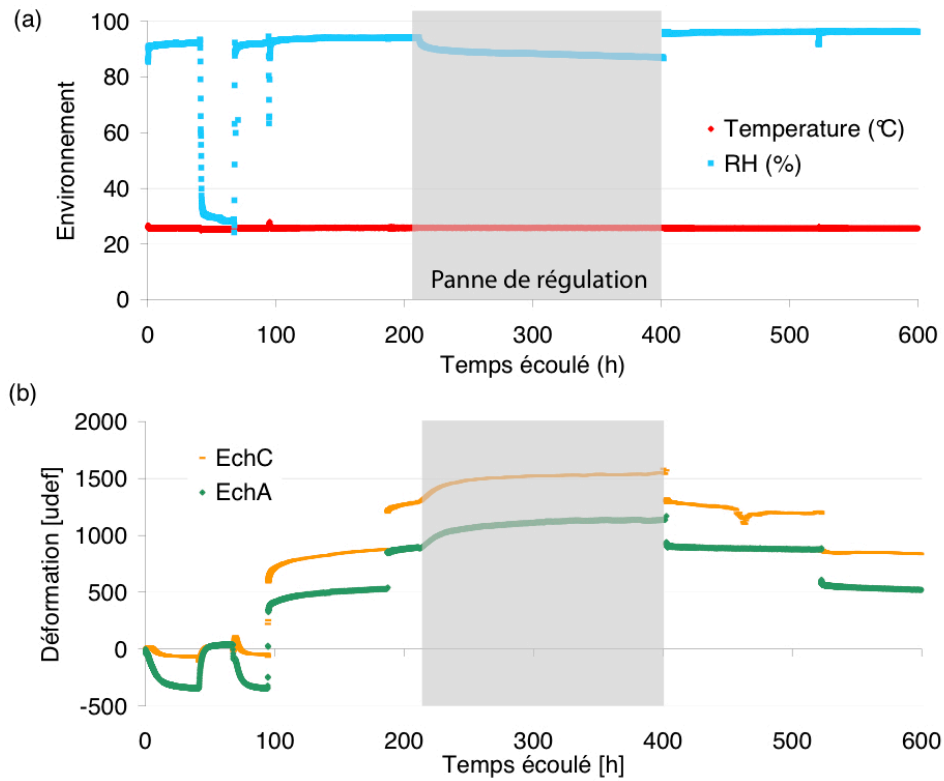


FIGURE I.31 – Résultats quantifiés de l'environnement hygrothermique (a) et des déformations (b) durant une phase préparatoire (phase n.6).

Bien que ces phases préparatoires n'apportent pas de réponse scientifique en raison de problèmes de mise au point ou de pannes, elles ont permis de mettre en avant les précautions (détaillées ci-après) nécessaires à la réalisation de ce type d'expérimentations. Dans ce document il ne sera détaillé qu'une seule phase d'essais, la plus aboutie dans sa réalisation, dans son dépouillement et peut être aussi la plus chanceuse par la tenue de consigne de l'enceinte durant 9 mois.

## I.4 Travail expérimental et grandeurs d'étude

Le matériel mis en oeuvre au cours de notre expérience est détaillé ici. L'environnement hygrothermique ainsi que les résultats en déformation sont analysés pour obtenir les grandeurs nécessaires à notre étude.

### I.4.1 Matériel et méthodes

#### I.4.1.1 Matériel végétal

Des échantillons de dimensions  $L=100 \times R=10 \times T=2 \text{ mm}^3$  d'épicéa ont été utilisés dans cette étude. la disposition des échantillons au sein de la grume sont détaillés dans la figure I.32

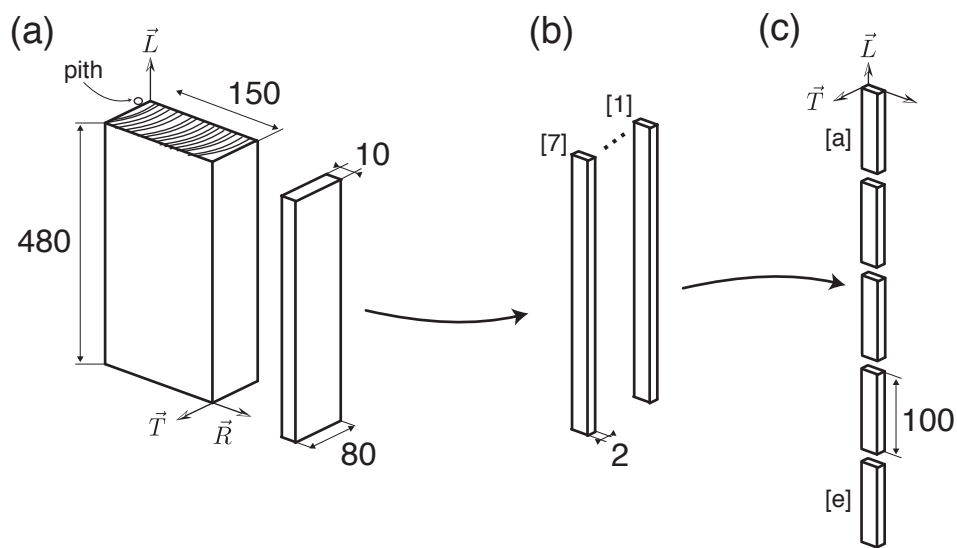


FIGURE I.32 – Illustration de l'orientation des échantillons, de leurs dimensions dans la grume (a) ainsi que de leur numérotation (b et c).

L'orientation et les dimensions transverses ont été déterminées afin d'éviter une orientation type « multi-couche » des cernes par rapport à la sollicitation. Elles permettent aussi un rapide état d'équilibre de teneur en eau au sein des échantillons.

Leur densité varie de  $0.46$  à  $0.49 \text{ g/cm}^3$  (mesurée à  $24^\circ\text{C}$  et  $58\%\text{HR}$ ). L'angle moyen des microfibrilles a été mesuré avant l'essai par diffraction de rayons X en utilisant la méthode proposée par Yamamoto *et al.* (1993) et estimé à  $16^\circ \pm 2^\circ$  (tableau I.3). L'erreur d'alignement des fibres par rapport à la direction longitudinale des échantillons a été estimée à moins de  $1^\circ$ .

	<b>A1</b>	<b>A2</b>	<b>A3</b>	<b>A4</b>	<b>B1</b>	<b>B2</b>	<b>B3</b>	<b>B4</b>	<b>C1</b>	<b>C2</b>
Position végétale	2B	2C	3B	3C	4B	4C	5B	5C	2D	3D
Position de sollicitation	Haut	Bas	Haut	Bas	Haut	Bas	Haut	Bas	Haut	Haut
$\varphi$ [deg]	11	16	15	16	17	18	18	20	14	17
Angle des fibres	0.5	0.2	0.6	0.8	0.2	0.3	0.8	0.9	1.3	1.4
$\rho_{12\%}$ [-]	0.46	0.46	0.47	0.49	0.48	0.48	0.49	0.48	0.46	0.48
Masse appliquée (g)	576	566	575	565	562	552	563	554	0	0

TABLE I.3 – Valeurs de l'angle des microfibrilles  $\varphi$  et de l'angle des fibres par rapport à la direction de l'échantillon (réalisés par la méthode de Yamamoto et al. (1993) en diffraction de rayons X), de densité à l'air ambiant  $\rho_{12\%}$  et de masse appliquée durant l'essai des échantillons d'épicéa testés.

#### I.4.1.2 Matériel expérimental

##### *Régulation de l'environnement*

L'environnement à proximité des échantillons pouvant différer sensiblement de la consigne imposée, un capteur hygrothermique a été positionné au plus près des échantillons. L'objectif de réaliser un environnement très humide (98%HR) est une contrainte expérimentale importante. La majorité des appareils de mesures ne résistent pas à de tels environnements (par exemple le maximum est autour de 70%HR pour une balance de précision). Les seuls équipements électroniques présents dans l'enceinte lors des expérimentations menées sont les jauges et le capteur hygrothermique.

##### *Dispositif de flexion en série*

Deux bâtis supportant deux séries d'échantillons intitulées *A* et *B* ont été réalisés. Avec l'arrangement des échantillons en série, un total de 8 échantillons (4 échantillons pour la série *A* et 4 échantillons pour la série *B*) ont été sollicités durant l'essai. Les masses appliquées sont données dans le tableau I.3. La série *C* était composée de deux échantillons équipés de jauges positionnés dans des conditions d'appuis similaires aux échantillons du haut des séries *A* et *B*. Les échantillons de cette série *C* n'ont pas subi de chargement mécanique durant l'essai afin de quantifier les déformations de retrait et gonflement libre. Trois échantillons non équipés de jauges ont été pesés (numéro [7B], [7C], et [7D]) et un de ces trois (numéro [7B]) a été mesuré afin d'établir la teneur en eau et les coefficients d'expansion hydrique dans les directions d'orthotropie.

#### I.4.1.3 Histoire hygromécanique

Les échantillons ont été soumis à l'environnement et à l'histoire mécanique décrite en figure I.33.



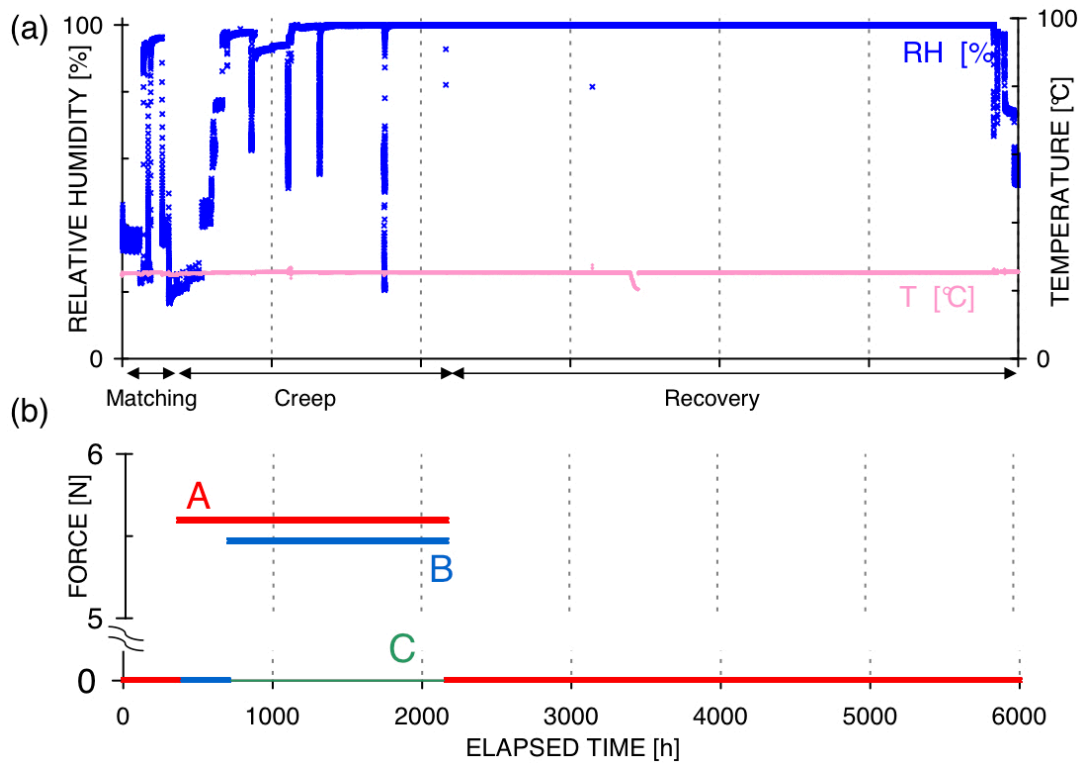


FIGURE I.33 – Enregistrement de la température et de l'humidité relative (a) ainsi que de la charge moyenne appliquée pour la série A et B ( $F_A = 5.6N$  et  $F_B = 5.47N$ ) (b) pendant la durée de l'essai et indications des phases d'expérience (Matching : acclimatation des échantillons, Creep : fluage viscoélastique et mécanosorptif, Recovery : recouvrance des déformations)

L'ensemble des échantillons subit une première phase dite d'acclimatation (« Matching ») durant laquelle des cycles d'humidité relative sont réalisés sans chargement des échantillons. Un premier groupe intitulé A d'échantillons est chargé à l'état sec et subit un première adsorption. Puis un second groupe intitulé B est chargé à un niveau de contrainte équivalent (à priori inférieur à la limite de linéarité du comportement mécanosorptif). Il s'ensuit une courte étape de fluage viscoélastique puis plusieurs cycles de sorption suivent. Ces trois étapes constituent la phase de fluage viscoélastique et mécanosorptif (« Creep »). Le déchargement à l'état humide induit l'essai de recouvrance (« Recovery »).

#### I.4.1.4 Analyse mécanique

L'identification de la fonction de fluage (ou recouvrance) nécessite une analyse des déformations mesurées et des contraintes appliquées afin de déterminer l'évolution de la compliance. La détermination de la teneur en eau est nécessaire au calcul de la contrainte sous environnement hygrothermique variable et à l'établissement des trajectoires mécanosorptives.

##### *Analyse des déformations*

Les déformations sur les faces supérieures  $\varepsilon^+$  et inférieures  $\varepsilon^-$  des échantillons ont été mesurées et décrites par la déformation différentielle  $\varepsilon$  et la déformation moyenne  $\tilde{\varepsilon}$ . La

moyenne de la déformation des échantillons de la série A (4 échantillons), B (4 échantillons) et C (2 échantillons) à chaque instant est représentée en figure I.34.

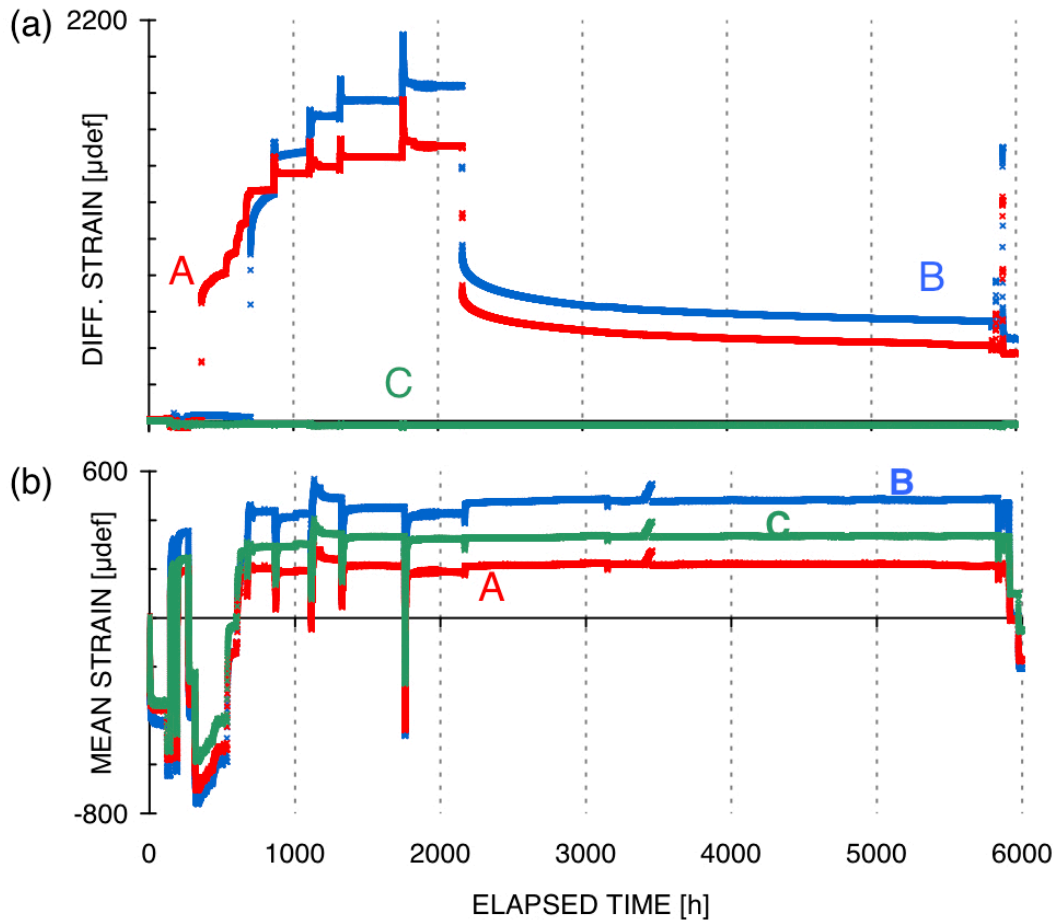


FIGURE I.34 – Résultats de mesure de la déformation différentielle (a) et de la déformation moyenne (b) pour chaque série

### Détermination de la teneur en eau

Au cours des expériences menées, trois échantillons, similaires à ceux équipés de jauges et sollicités mécaniquement, ont été pesés régulièrement afin d'établir la teneur en eau des échantillons. A la fin de l'expérimentation l'un d'eux a subi un séchage anhydre pour déterminer son poids et ses dimensions anhydres.

A l'échelle moléculaire, deux visions conceptuelles se dégagent dans la théorie de la sorption d'eau du bois : la vision de « multi-couches » et la vision de « solution-polymère » (Navi et Heger, 2005). La première vision considère l'adsorption surfacique, c'est à dire une adsorption d'eau par les sites de sorption créant un multicouche continu dont le front de sorption se propage du lumen à la lamelle mitoyenne (fig. I.35) (Dent, 1977).

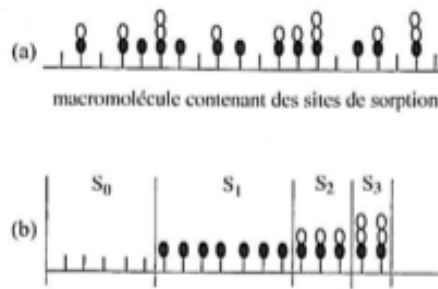


FIGURE I.35 – (a) Représentation schématique des couches moléculaires (lignes verticales : sites de sorption, cercles noir : molécules primaires, cercles blancs : molécules secondaires); (b) idem que (a) mais arrangé selon la couche pariétale (Navi et Heger, 2005)

La seconde vision considère une adsorption volumique par les constituants polymériques du bois. Elle ne sera pas détaillée dans ce document. Plusieurs modèles mathématiques découlent de ces concepts (Skaar, 1988).

A partir d’une approche de sorption surfacique, le modèle établi par Dent (1977) permet de décrire la cinétique d’évolution de la teneur en eau  $w^{eq}$  à l’équilibre du bois selon l’humidité relative de l’air  $h$  dans un cas isotherme :

$$w = \frac{h}{A + Bh - Ch^2} \tag{I.11}$$

L’identification des paramètres  $A$ ,  $B$ , et  $C$  pour les phases d’adsorption et de désorption peut être effectuée par une représentation  $h/w = f(h)$ .

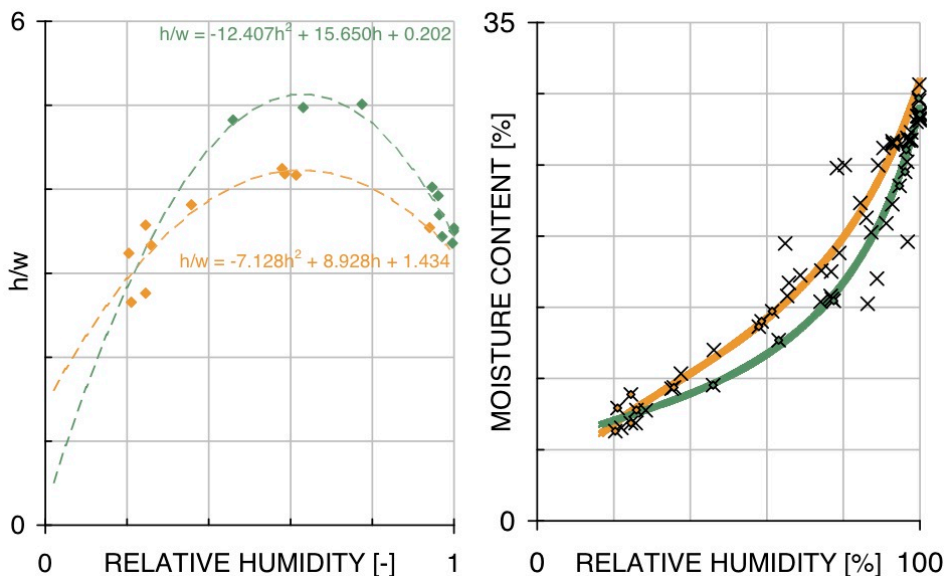


FIGURE I.36 – Identification des paramètres du modèle de Dent (1977) pour l’adsorption (vert) et la désorption (orange)

Cette identification repose sur l’analyse de mesures de teneur en eau à un état d’équilibre réparties à différents niveaux d’humidité relative. Dans l’histoire hygromécanique de

l'essai réalisé, ces mesures à l'équilibre ont été difficiles à obtenir induisant de la variabilité dans les représentations  $h/w = f(h)$  (fig. I.36.a). De plus il n'a pas été possible de mesurer la teneur en eau dans une phase d'adsorption à basse humidité. Les résultats obtenues en figure I.36 n'ont pas de réalité physique en raison d'une teneur en eau inférieure en désorption à la valeur en adsorption à une humidité relative de l'ordre de 22%HR. L'hystérésis est présente mais les évolutions à basse humidité ne sont pas réalistes des phénomènes de sorption. Ces résultats illustrent la difficulté d'identifier des isothermes de sorption mais ne permettent pas de remettre en cause l'approche réalisée par Dent (1977).

A l'échelle cellulaire, les modèles de diffusion transverses et longitudinaux permettent d'établir des lois d'évolution à partir des coefficients de diffusion (Siau, 1984). De cette approche, le modèle de Simpson (1974), basé sur les travaux de Hailwood et Horrobin (1946), donne la teneur en eau du bois à l'équilibre  $w^{eq}$  en fonction de la température  $T$  [°C] et de l'humidité relative  $h$  [%] :

$$w^{eq} = \frac{1800}{W} \left( \frac{Kh}{1 - Kh} + \frac{K_1Kh + 2K_1K_2K^2h^2}{1 + K_1Kh + K_1K_2K^2h^2} \right) \quad (I.12)$$

avec  $W = 349 + 1.29T + 0.0135T^2$

$$K = 0.805 + 0.000736T - 0.00000273T^2$$

$$K_1 = 6.27 - 0.00938T - 0.000303T^2$$

$$K_2 = 1.91 + 0.0407T - 0.000293T^2$$

Ce modèle a été ensuite complété par un ajustement global  $w^{EQ} = aw^{eq} + b$  au sens des moindres carrés avec les points de mesure (avec  $a = 0.9$ ,  $b = 2.8\%$ ). Les résultats de la détermination de la teneur en eau avec ce modèle sont donnés en figure I.37. Afin de prendre en compte la cinétique de sorption du matériau, un temps de retard est appliqué à l'évolution de la teneur en eau par l'équation différentielle d'ordre un suivante :

$$\frac{dw}{dt} = \frac{w^{EQ} - w}{\tau} \quad (I.13)$$

Cette équation est résolue par un schéma explicite :

$$w_{n+1} = w_n \exp\left(-\frac{t_{n+1} - t_n}{\tau}\right) + w_n^{EQ} \left(1 - \exp\left(-\frac{t_{n+1} - t_n}{\tau}\right)\right) \quad (I.14)$$

Le temps de retard est établi à  $\tau = 1.41 h$  après ajustement au sens des moindres carrés sur les mesures réalisées.

La représentation de l'isotherme n'est pas adaptée pour représenter l'adéquation de la teneur en eau calculée avec les mesures réalisées. L'adéquation globale entre l'évolution de la teneur en eau au cours du temps et les mesures réalisées sont données figure I.38.

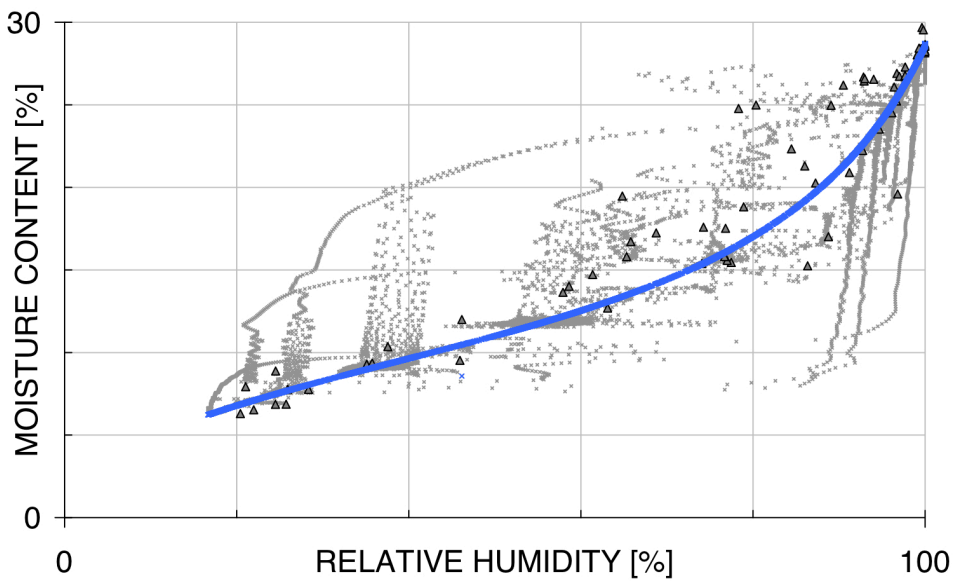


FIGURE I.37 – Isotherme de sorption  
 (▲ points de mesure, — teneur en eau à l'équilibre  $w^{EQ}$ , — teneur en eau  $w$  calculée par l'équation I.14 aux points de mesures des déformations)

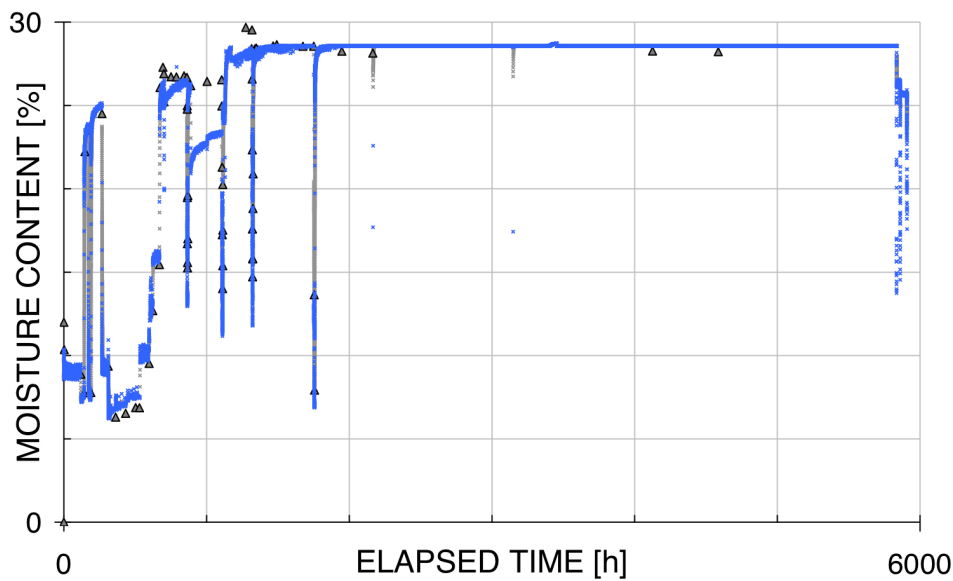


FIGURE I.38 – Evolution de la teneur en eau au cours du temps  
 (▲ points de mesure, — teneur en eau à l'équilibre  $w^{EQ}$ , — teneur en eau  $w$  calculée par l'équation I.14 aux points de mesures des déformations)

La figure I.39 représente cette comparaison dans une échelle plus réduite focalisée durant la phase d'acclimatation et montre la validité du modèle de sorption mis en place.

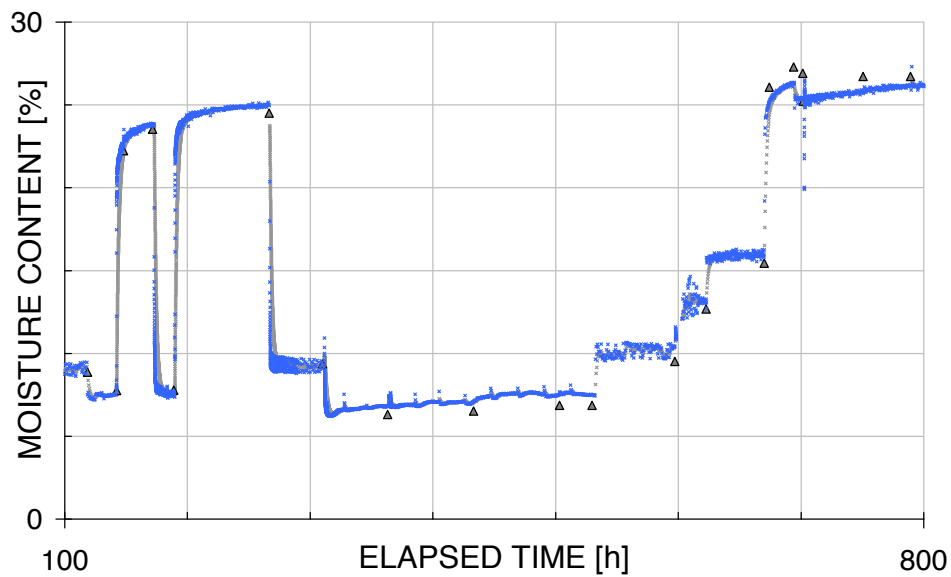


FIGURE I.39 – Evolution de la teneur en eau au cours du temps (▲ points de mesure, — teneur en eau à l'équilibre  $w^{EQ}$ , — teneur en eau  $w$  calculée par l'équation I.14 aux mesures de déformations)

### Détermination des coefficients de dilatation hydrique

Lors des mesures de masse des échantillons, l'un d'eux a été mesuré afin de déterminer les coefficients de dilatation hydriques une fois la détermination de la teneur en eau effectuée (fig. I.40). Les valeurs de  $\alpha_L = 0.004\%/%$ ,  $\alpha_R = 0.122\%/%$  et  $\alpha_T = 0.305\%/%$  ont été déterminées.

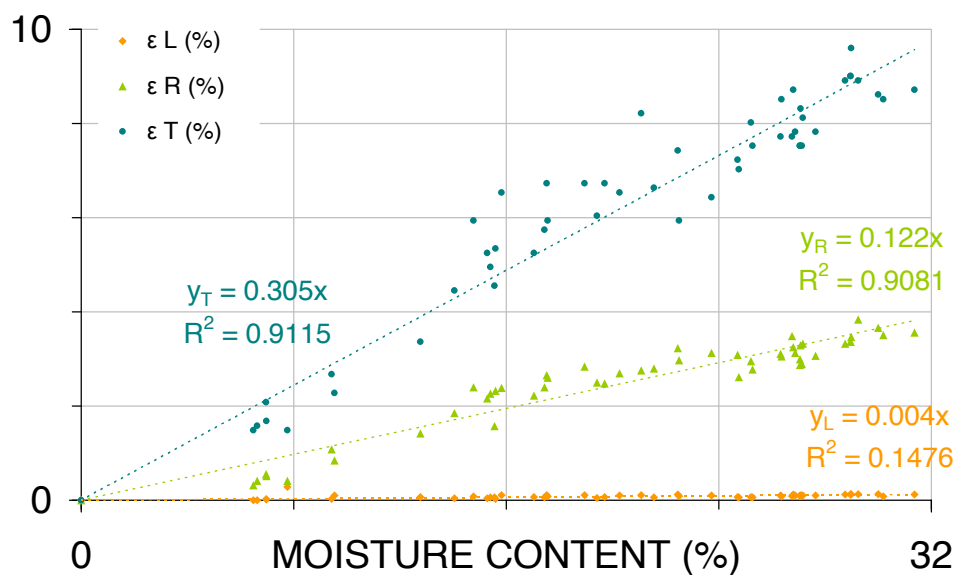


FIGURE I.40 – Détermination des coefficients de dilatation hydriques dans les directions d'orthotropie  $\alpha_L = 0.004\%/%$ ,  $\alpha_R = 0.122\%/%$  et  $\alpha_T = 0.305\%/%$ .

### Analyse des contraintes

L'effort appliqué dans une sollicitation de flexion 4 points induit une contrainte maximale  $\sigma_f$  par la relation suivante où  $\mathcal{M}_f$  est le moment de flexion égal à  $\mathcal{M}_f = Fl/2$  (avec  $F$  la force totale appliquée et  $l$  l'écart de portée),  $\mathcal{I}$  est le moment d'inertie valant  $\mathcal{I} = be^3/12$  pour la géométrie d'échantillon, et  $e$  est l'épaisseur de l'échantillon).

$$\sigma_f = \frac{\mathcal{M}_f e}{\mathcal{I} \frac{e}{2}} = \frac{3Fl}{be^2} \quad (\text{I.15})$$

L'évolution des dimensions de l'échantillon avec la teneur en eau imposent de corriger ce calcul de contrainte pour rendre compte de l'évolution du moment d'inertie. Par analogie avec une sollicitation de traction, la relation entre la contrainte réelle et la contrainte nominale mesurée  $\sigma_f^0$  permet d'écrire la relation suivante (où  $b_0$  et  $e_0$  sont établies à une teneur en eau de référence) :

$$\sigma_f = \frac{3Fl}{be^2} \frac{be}{b_0 e_0} = \sigma_f^0 \frac{e_0}{e} \quad (\text{I.16})$$

L'épaisseur de l'échantillon est liée à la valeur de référence par le coefficient de dilatation hygroscopique (tangentielle pour notre orientation d'échantillon).

$$e = e_0(1 + \alpha_T \Delta w) \quad (\text{I.17})$$

La contrainte corrigée s'écrit donc :

$$\sigma(w) = \frac{\sigma_f}{1 + \alpha_T \Delta w} \quad (\text{I.18})$$

où  $\Delta w$  est la différence avec la valeur à l'équilibre avec l'air ambiant ( $\Delta w = w - 12\%$ ).

### Détermination des complaisances

Afin de décrire les phénomènes physiques observés, le calcul de la complaisance est mécaniquement plus adapté qu'une description basée sur la déformation. Il s'écrit pour chaque échantillon sollicité  $i$  en divisant l'incrément de déformation créé par le chargement  $\Delta \varepsilon_L^{(i)}(t) = \varepsilon_L^{(i)}(t) - \varepsilon_L^{(i)}(t^-)$  (avec  $t^-$  l'instant précédent le chargement) par la contrainte déterminée précédemment :

$$J_L^{(i)}(t, w) = \frac{\Delta \varepsilon_L^{(i)}(t)}{\sigma^{(i)}(w)} \quad \text{avec } t > t_{\text{sollicitation}} \quad (\text{I.19})$$

La variabilité intrinsèque du matériau bois induit des différences de densité entre les échantillons. Pour prendre en compte ces hétérogénéités, une correction est effectuée dans le calcul de la complaisance :

$$J_L^{(i)}(t, w) = \frac{\rho^{(i)}}{\rho^{(ref)}} \frac{\Delta \varepsilon_L^{(i)}(t)}{\sigma^{(i)}(w)} \quad (\text{I.20})$$

où  $\rho_{ref} = 0.48 \text{ g/cm}^3$  est la densité moyenne de tous les échantillons.

La complaisance relative à la complaisance instantanée à  $t = 0 \text{ s}$  et à la teneur en eau de  $w = 12\%$  est donnée par la relation suivante :

$$\bar{J}_L^{(i)} = \frac{J_L^{(i)}(t, w)}{J_L^{(i)}(t = 0 \text{ s}, w = 12\%)} \quad (\text{I.21})$$

Tout au long de ce document, la complaisance relative à la complaisance instantanée à  $t = 0 \text{ s}$  et à la teneur en eau de  $w = 12\%$  sera appelée « complaisance relative ».

### Analyse des instants d'application du chargement

Une représentation adaptée des cinétiques de fluage fait appel au logarithme du temps. La détermination de l'instant du chargement est une nécessité dans cette représentation. De plus, la détermination de la déformation initiale (à  $t + 1$  s) pour établir la complaisance initiale est un paramètre nécessaire dans la mise en oeuvre de modèles rhéologiques. L'analyse des signaux de déformation permet d'établir ces deux grandeurs.

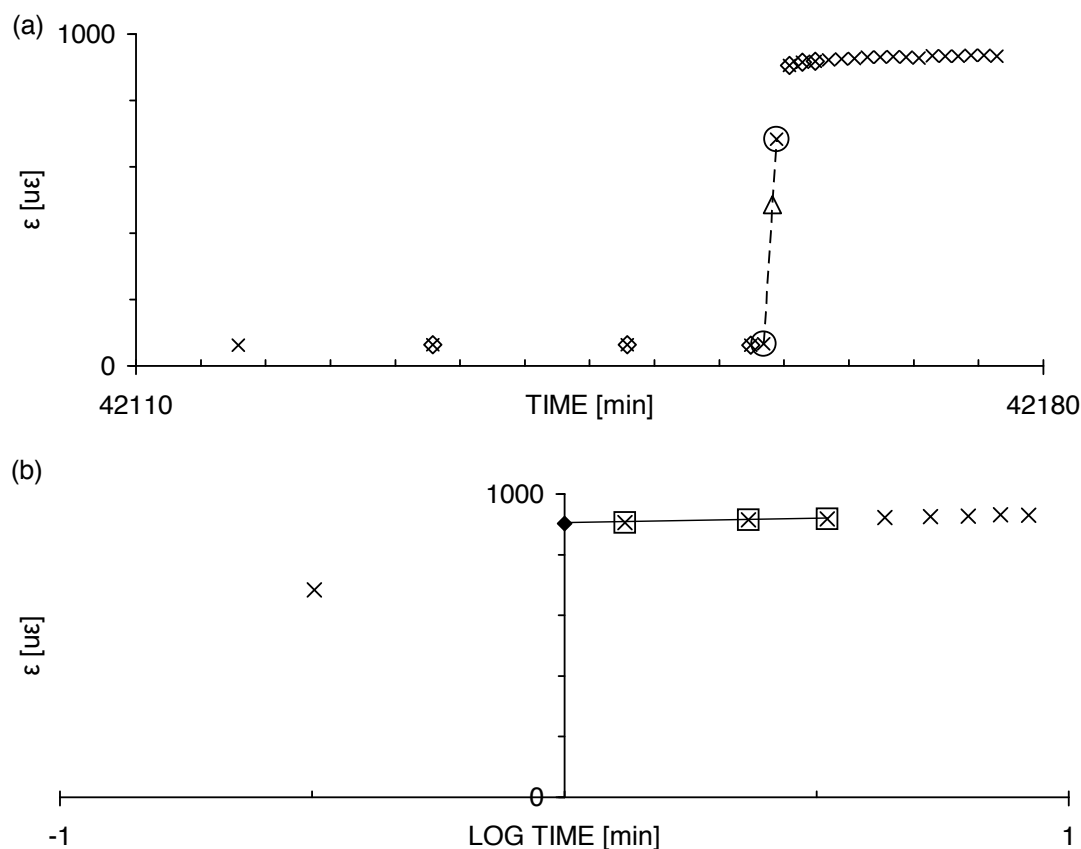


FIGURE I.41 – Méthode de détermination des instants et des déformations de chargement ( $\times$  mesures de déformation,  $\triangle$  temps au demi-chargement,  $\otimes$  déformations avant  $\varepsilon(t = t^-)$  et après demi chargement  $\varepsilon(t < t^-)$ ,  $\boxtimes$  déformations après chargement,  $\blacklozenge$  déformation à l'instant de demi-chargement)

Une première étape consiste à déterminer l'instant de chargement (illustrée par un exemple en fig. I.41.a). La déformation de demi-chargement est établie à partir de la moyenne des trois mesures avant chargement  $\varepsilon(t < t^-)$  et après chargement  $\varepsilon(t > t^+)$  comme la moyenne de ces deux valeurs  $\varepsilon(t = t_{\text{demi-chargement}}) = (\varepsilon(t^-) + \varepsilon(t^+))/2$ . L'interpolation linéaire entre  $\varepsilon(t = t^-)$  et  $\varepsilon(t = t^+)$  permet de quantifier l'instant au demi-chargement  $t = t_{\text{demi-chargement}}$ .

La représentation en logarithme du temps (réf. minutes) (fig. I.41.b) permet de déterminer la valeur de déformation initiale par extrapolation linéaire des trois premiers points de mesure supérieurs à une minute.



### I.4.1.5 Acclimatation et similarité des échantillons

La variabilité des échantillons inhérente à l'origine biologique du matériau bois est une contrainte expérimentale forte obligeant à répéter les essais et multiplier les échantillons. Cette variabilité amène à un questionnement sur la légitimité de comparer des comportements entre échantillons. De plus, les contraintes résiduelles induites par les processus de croissance du bois au sein de l'arbre, peuvent au cours d'essais viscoélastiques et/ou mécanosorptifs interférer dans la réponse mesurée.

Pour ces raisons, les échantillons subissent une phase dite d'acclimatation au cours de laquelle ils ne subissent pas de contrainte mécanique et sont soumis à des variations d'hygrométrie de 30% à 98 %. Ces cycles nous permettent d'émettre l'hypothèse que les contraintes internes induites par la croissance sont en grande partie annihilées. Toutefois, cette phase d'acclimatation est à approfondir lors de futures expérimentations, avec par exemple la détermination des modules pour différentes teneur en eau.

#### *Correction de la variabilité*

Dans une première approche, il avait été tenté de corriger le comportement des échantillons afin de réduire la variabilité en prenant pour référence les échantillons non sollicités mécaniquement. Les déformations moyennes caractérisant le retrait/gonflement des échantillons montre un écart constant et faible de comportement (de l'ordre de  $50\mu\epsilon$ ) (fig. I.42a). Cependant une différence de courbure sensible est induite par rapport aux échantillons de référence (fig. I.42b). Mais corriger cette courbure induite par chargement hygroscopique n'est pas chose aisée. Pour corriger cette « courbure d'origine hygroscopique » la détermination d'une droite de correction  $f_i(\epsilon_j)$  peut être effectuée et retranchée aux déformations dans le calcul de la complaisance avec l'hypothèse que le chargement n'influe pas sur le comportement hygroscopique. Cette hypothèse est une hypothèse forte dans le cas du bois, de plus cette correction linéaire s'est avérée insuffisante.

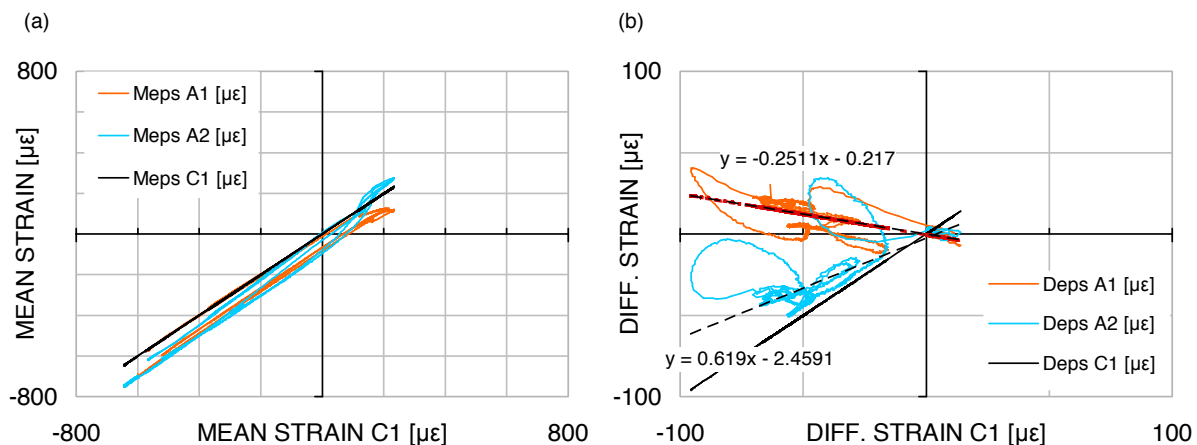


FIGURE I.42 – Relation entre la réponse des échantillons non chargés et celle des échantillons sollicités (ici représentés pour les échantillons A1 et A2).

Plusieurs sources de variation peuvent intervenir dans cette comparaison entre les échantillons chargés et non chargés. La variabilité intrinsèque du matériau se traduit par des différences de densité, d'angle des microfibrilles, ou encore de changement locaux de

la direction des fibres ou plus généralement des directions d'orthotropie au sein d'un échantillon. Les précisions d'usinage peuvent induire des différences de volume entre les échantillons pouvant induire des différences dans les cinétiques de sorption ainsi que du nombre de cernes (changeant la répartition de bois d'été et bois de printemps) et de l'orientation des fibres au sein des échantillons différents.

Une autre source de différence possible peut être induite par le procédé de mesure par jauges. Une erreur d'alignement dans l'orientation de la jauge lors de son collage induit un biais dans la mesure effectuée d'autant plus lors de la mesure des déformations différentielles. Cet effet peut être quantifié par la démarche suivante. La déformation à la surface mesurée par la jauge ( $\varepsilon^+$  sur la face en tension) orientée d'un angle  $\theta^+$  par rapport à la direction longitudinale de l'échantillon peut s'écrire en fonction d'un changement de teneur en eau  $\Delta w$ .

$$\varepsilon^+ = [\alpha_L \cos^2 \theta^+ + \alpha_R \sin^2 \theta^+] \Delta w \quad (I.22)$$

La déformation différentielle peut alors s'écrire :

$$\varepsilon = \varepsilon^+ - \varepsilon^- \simeq (\alpha_R - \alpha_L)(\theta^{+2} - \theta^{-2})\Delta w \quad (I.23)$$

Si l'on considère un écart conséquent de  $6^\circ$  entre les jauges, les valeurs de coefficients d'expansion hydriques obtenus et un écart de teneur en eau maximal de 22%, l'écart de déformation entre les jauges est de l'ordre de 0.026% soit négligeable. L'hypothèse d'un échantillon qui ne soit pas purement radial semble être plus probable pour expliquer la présence d'une courbure d'origine hygroscopique des échantillons lors de cette phase d'acclimatation. Il a par la suite été préféré une sélection des échantillons les plus similaires sur des critères hygroscopiques et mécaniques pour s'affranchir de la variabilité.

### Appariement des échantillons

L'analyse du comportement hygroscopique (quantifié par la déformation hygroscopique allant de 26%MC à 6%MC durant la phase d'acclimatation) et mécanique (mesuré par le module d'élasticité à la teneur en eau de 12%) de chaque échantillon a permis de sélectionner les échantillons les plus similaires de chaque groupe (fig. I.43). Les échantillons A2 et A4 pour la série A ainsi que B1 et B3 pour la série B ont été sélectionnés pour la suite de cette étude. L'échantillon C1 n'ayant pas été chargé, seule sa valeur de retrait a permis de le sélectionner.

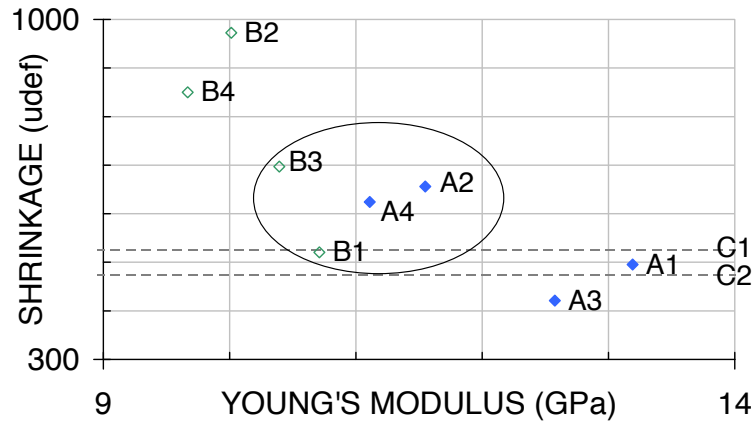


FIGURE I.43 – Analogie entre le module d'élasticité des échantillons (à 12%MC) et la déformation hygroscopique (entre 26%MC et 6%MC)

Le tableau I.4 rassemble l'ensemble des complaisances élastiques mesurées au cours des différentes sollicitations à des teneurs en eau différentes.

Type	w (%)	A1	A2	A3	A4	B1	B2	B3	B4
Charge	6	73	81	74	86				
Charge	26					108	122	115	123
Décharge	26	84	102	86	102	101	118	108	124
Charge	12	75	83	83	90	93	103	99	105
Décharge	12	77	82	84	89	94	103	98	103
<i>Chargement</i>	<i>12</i>	<i>76</i>	<i>92</i>	<i>77</i>	<i>93</i>	<i>92</i>	<i>97</i>	<i>95</i>	<i>104</i>
<i>Déchargement</i>	<i>12</i>	<i>74</i>	<i>89</i>	<i>74</i>	<i>88</i>	<i>93</i>	<i>97</i>	<i>93</i>	<i>102</i>
<b>Moyenne J [x10<sup>6</sup> MPa<sup>-1</sup>]</b>	12	76	87	80	90	93	100	96	103
<b>E [GPa]</b>	12	13.2	11.5	12.6	11.1	10.7	10.0	10.4	9.7

TABLE I.4 – Valeurs de complaisances mesurée (en 10<sup>6</sup>MPa<sup>-1</sup>) au cours de l'essai à différentes teneur en eau w (la charge/décharge en italique a été effectuée après échange de position des échantillons) ainsi que la valeur moyenne de complaisance à w=12%. Le module d'élasticité E est déterminé à partir de la valeur moyenne de complaisance à w=12% par la relation  $E = 1/J$ .

La comparaison de ces valeurs de complaisance avec la position des échantillons dans les séries apporte une observation intéressante. Les échantillons positionnés en haut présentent systématiquement une complaisance plus faible que celle mesurée sur les échantillons du bas. La bonne répétabilité de la méthode de sollicitation mise au point a permis de vérifier l'absence d'effets inexpliqués de la position.

Malgré la proximité des échantillons dans la grume de laquelle ils ont été prélevés, cette constatation montre l'importance de la variabilité au sein de l'échantillonnage et la nécessité de réaliser des mesures préliminaires pour favoriser l'appariement.

Cette variabilité peut être perçue comme un atout dans une expérimentation. Elle permet de tester l'influence d'un ou plusieurs paramètres sur la réponse. Dans notre cas par exemple, un module plus élevé permettra d'analyser l'influence sur la réponse différée de cette variation.

### ***Moyenne de comportement mécanique ou hygrothermique***

Une fois les échantillons sélectionnés, la moyenne du comportement des échantillons de chaque groupe (A2 & A4 et B1 & B3) est considérée. Au cours de notre étude, l'origine mécanique ou hygrothermique des phénomènes observés nécessite une précaution dans le calcul de cette moyenne.

Par exemple, l'évolution de la complaisance avec le temps (fig. I.47) a été déterminée pour chaque série en prenant la moyenne des complaisances avec pour référence l'instant de chargement. Par contre, l'influence des cycles de sorption sur la réponse viscoélastique (fig. I.64) a été déterminée en prenant la moyenne des complaisances avec pour référence l'environnement hygrothermique.

Bien que minime, cette prise en compte est nécessaire dans l'étude de phénomènes physiques couplés.

### I.4.2 Résultats bruts et élaborés

En conclusion de ce travail expérimental mis en place, il est possible de décrire le passage des mesures effectuées (dite "brutes") à des grandeurs plus descriptives du comportement du matériau (dite "élaborées").

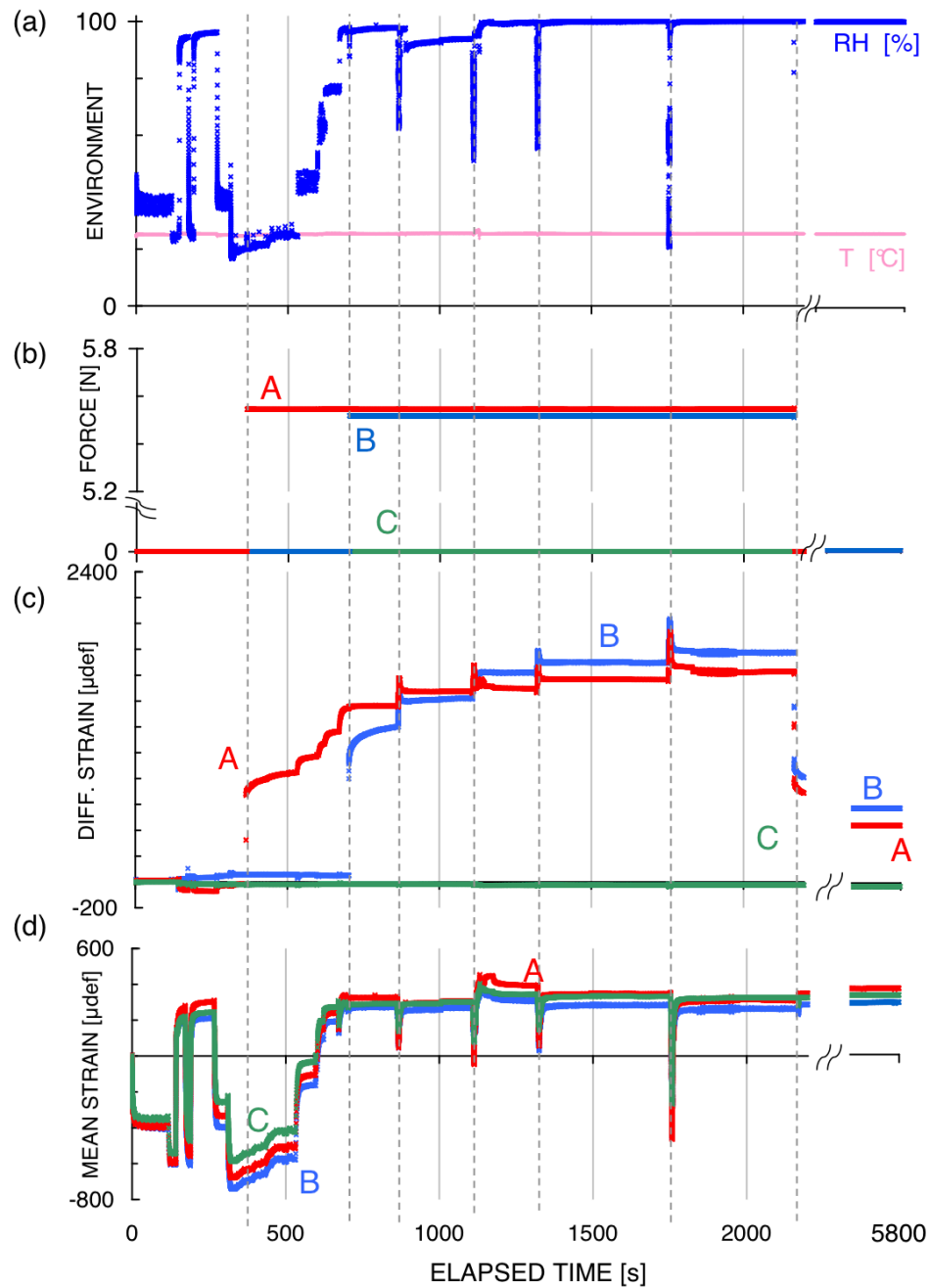


FIGURE I.44 – Résultats de mesure de l'environnement (température et humidité relative), de la force appliquée, de la déformation et de la déformation moyenne.

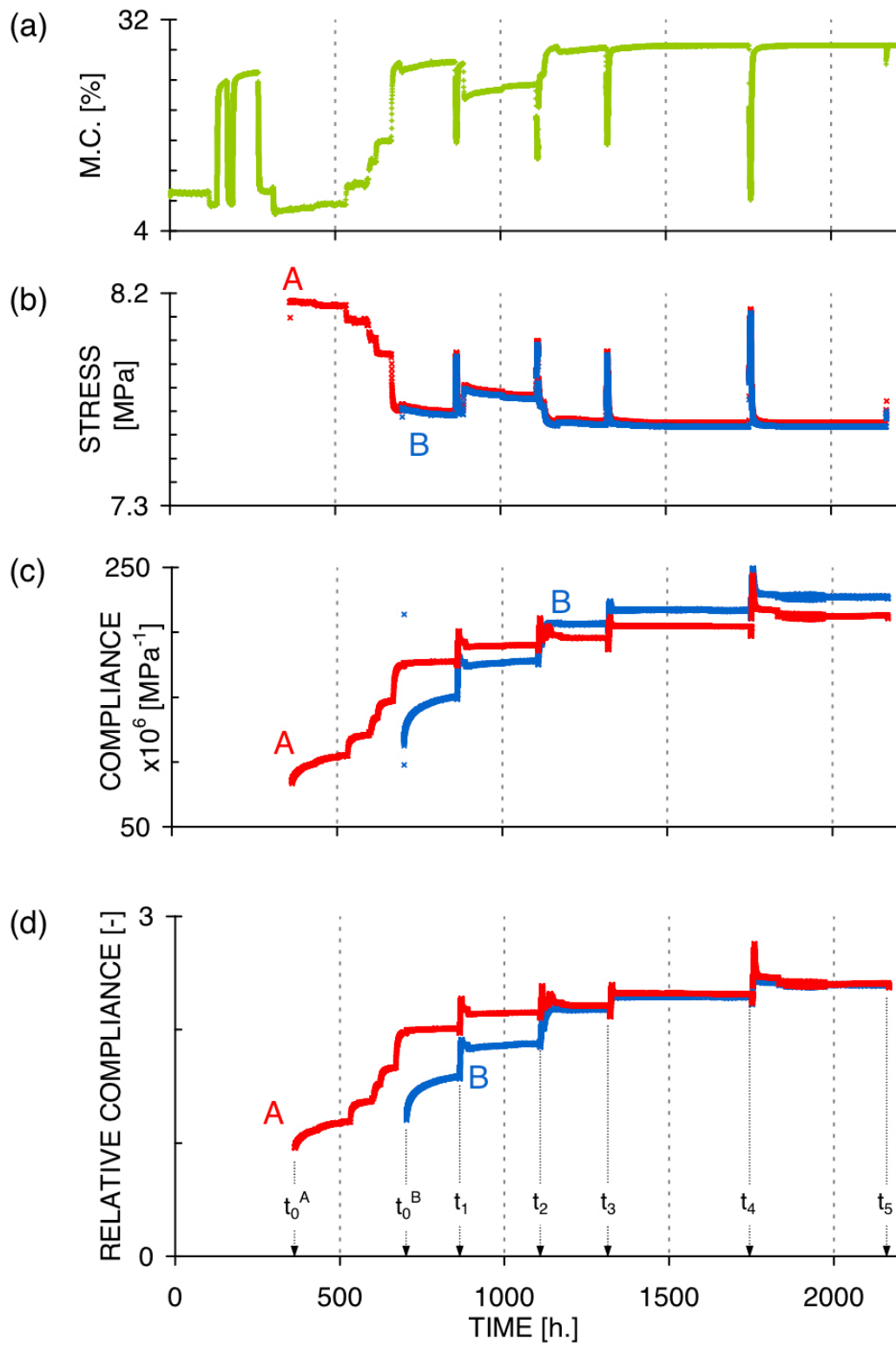


FIGURE I.45 – Résultats quantifiés de la teneur en eau (a), de la contrainte (b), des complaisances absolue (c) et relative (d).

L'environnement hygrothermique (fig. I.44a) a permis d'établir la teneur en eau des échantillons (fig. I.45a) à partir des mesures de masses d'échantillons similaires. La pre-

mière phase dite d'acclimatation est constituée de deux cycles de 7%MC à 26%MC et se traduit par une évolution marquée de la déformation moyenne (fig. I.44d). La force appliquée (fig. I.44b) et le niveau de teneur en eau permettent d'estimer la contrainte subie par les échantillons des groupes A et B (fig. I.45b). Les échantillons du groupe A ont été chargés à l'état sec 7%MC et subissent après une période de fluage une adsorption jusqu'à une teneur en eau de 26%. Les échantillons du groupe B sont ensuite chargés à l'état humide de 26%MC et subissent une période de fluage. L'évolution de la complaisance (fig. I.45c) et de la complaisance relative (fig. I.45d) sont établis à partir des déformations mesurées (fig. I.44c). Les deux groupes A et B sont ensuite soumis à des cycles de teneur en eau, puis déchargés à l'état humide.

L'analyse de ces résultats va permettre la description et la discussion autour des phénomènes différés viscoélastiques et mécanosorptifs.

## I.5 Cinétique de fluage

Le comportement viscoélastique du bois est fortement dépendant de sa teneur en eau. Pour décrire cette évolution Hunt (1997, 1999) propose d'utiliser un facteur de correction non linéaire (fig. I.46) mettant en oeuvre l'hypothèse d'un principe d'équivalence temps-humidité inspiré du concept d'équivalence temps-température. Pour un niveau de complaisance donné, il permet de quantifier le temps de fluage selon la teneur en eau du bois via l'équation I.24.

$$\log(Y) = -0.6 + 0.0137 \exp(0.2169w) \quad (\text{I.24})$$

Il donne par exemple un rapport de  $10^{1.5}$  (soit  $10^{1.5} = 32$  fois plus rapide) entre du fluage à 22%MC comparé à du fluage à 10%MC.

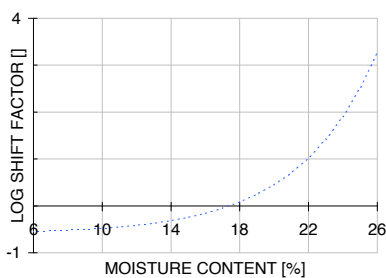


FIGURE I.46 – Facteur de correction  $Y$  de l'évolution de la complaisance avec la teneur en eau obtenu par l'équation I.24 (Hunt, 1997).

Hunt (1997) donne peu d'informations sur les réalisations expérimentales ayant permis d'établir l'évolution de ce facteur de correction. Dans l'expérience détaillée précédemment, le chargement des deux séries a été effectué à des teneurs en eau de 7% (série A) et 26% (série B). Il a été poursuivi par une période de fluage viscoélastique à humidité constante durant environ 7 jours afin de vérifier la cohérence du facteur de correction entre ces niveaux de teneur en eau. Cependant on peut noter une légère adsorption durant cette période pour les deux séries (de 7%MC à 7.5%MC pour la série A et de 25.1%MC à 26.4%MC pour la série B) causé par la stabilisation des conditions hygrothermiques de l'enceinte climatique. Le léger incrément mécanosorptif qui a pu en résulter a été considéré comme négligeable dans l'étude des cinétiques de fluage. L'évolution de la complaisance est représentée dans la figure I.47. Les premières et deuxième phases de fluage sont clairement identifiables.

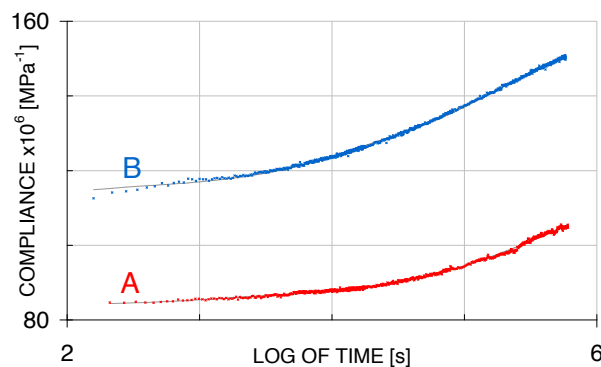


FIGURE I.47 – Évolution de la complaisance pour les échantillons sélectionnés des groupes A ( $w \simeq 7\%$ ) et B ( $w \simeq 26\%$ ) modélisés par un modèle de Kelvin-Voigt généralisé (gris)

L'ajustement d'un modèle de Kelvin-Voigt généralisé (vu dans la partie I.1.2.3) est réalisé sur ces résultats (fig. I.47) en minimisant le RMS entre les données expérimentales et ce modèle rhéologique (eq. I.5). Les temps caractéristiques sont imposés équirépartis en logarithme du temps et les complaisances  $J_i$  (avec  $i = 1, \dots, 6$ ) sont les paramètres ajustés (tableau I.5).

w	$J_0$	$J_1$	$J_2$	$J_3$	$J_4$	$J_5$	$J_6$
6	83,4	0,6	0,0	1,8	1,6	7,7	23,1
26	111,7	3,0	3,2	1,3	8,9	14,8	24,3
$\log \tau_i$		1	2	3	4	5	6

TABLE I.5 – Valeurs des complaisances  $J_i$  [ $\times 10^6 \text{ MPa}^{-1}$ ] des modèles de Kelvin-Voigt représentant l'évolution des complaisances de fluage selon la teneur en eau  $w$

La représentation des complaisances déterminées dans ce modèle de Kelvin-Voigt généralisé en fonction du logarithme des temps de relaxation peut être approchée par la distribution gaussienne définie par l'équation I.6 (figure I.48).

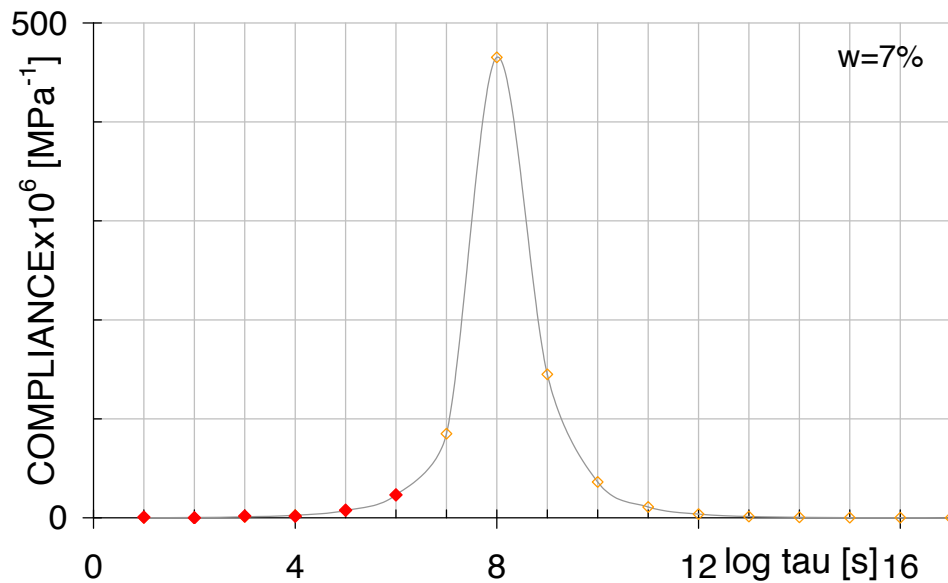


FIGURE I.48 – Evolution des complaisances issues du modèle de Kelvin-Voigt généralisé ajusté sur les données expérimentales de fluage à l'état sec selon le logarithme des temps de relaxation (♦) et extrapolation avec un modèle parabolique approché par une distribution gaussienne (◇)

Cette approche montre la validité de l'approche menée au moyen des modèles paraboliques.

L'augmentation de la teneur en eau apporte une augmentation de la complaisance ainsi qu'une accélération de la cinétique de fluage. L'évolution des cinétiques de fluage peut se représenter sous forme de trajectoire en fonction de la teneur en eau (fig. I.49).



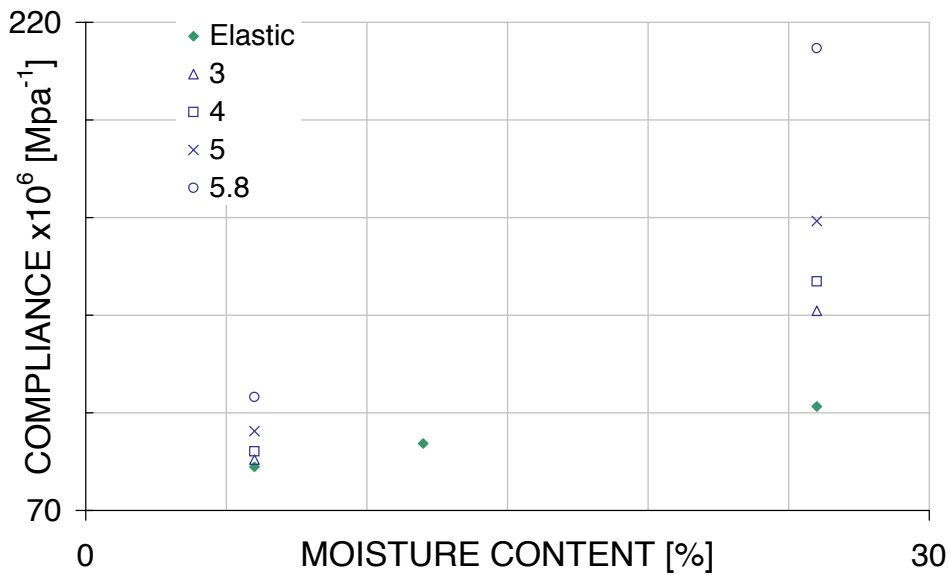


FIGURE I.49 – Représentation de la complaisance élastique et des niveaux de fluage sec ( $w \simeq 7\%$ ) et humide ( $w \simeq 26\%$ ) à  $t = 10^3 s$ ,  $t = 10^4 s$ ,  $t = 10^5 s$ ,  $t = 10^{5.78} s$

Une description des niveaux de fluage pour différentes teneurs en eau est expérimentalement difficile à obtenir en raison de la variabilité du bois et des procédures expérimentales. Les résultats de Matar (2003) montrent l'évolution du fluage selon la teneur en eau pour différents modules spécifiques.

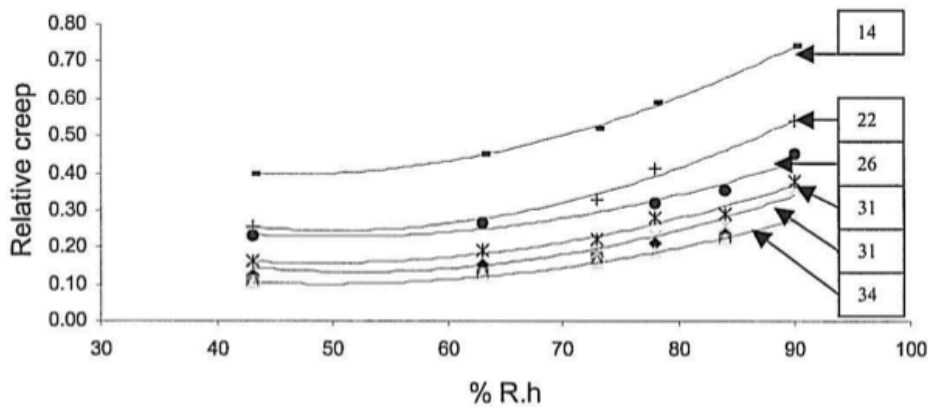


FIGURE I.50 – Fluage relatif après 1 semaine selon la teneur en eau pour des échantillons à module spécifique différent [ $\times 10^6 m^2/s^2$ ] chargés à  $\sigma = 6.52 MPa$  (Matar, 2003)

Dans les expériences menées, la volonté de mettre en évidence la première adsorption sous charge nous a amené à maximiser l'écart de teneur en eau entre les échantillons chargés à l'état sec et ceux chargés à l'état humide. Cependant, la complaisance atteinte à la fin de la période de fluage à l'état sec  $J_A(\log(t) = 5,8) \simeq 0,104 GPa^{-1}$  est équivalente à la complaisance atteinte à  $10^2 s$  pour les échantillons chargés humide  $J_B(\log(t) = 10^2) \simeq 0,99 GPa^{-1}$ . La différence de temps à ce même niveau de fluage est de  $10^{3.8} s$ . Pour ces deux périodes, le facteur de correction  $Y$  (eq. I.24) vaut  $Y(w \simeq 7\%) = -0,54$  et

$Y(w \simeq 26\%) = 3,26$ , soit une différence de 3,8.

Ces résultats sont cohérents avec l'hypothèse d'une équivalence temps-humidité émise par Hunt (1997) pour des valeurs « extrêmes » de teneur en eau. La réalisation de cinétiques de fluage à des valeurs de teneur en eau intermédiaires serait nécessaire pour obtenir une cohérence plus complète.

## I.6 Influence de l'histoire hygromécanique sur la réponse différée

L'étude précédente du concept d'équivalence temps-humidité montre l'importance de la teneur en eau du bois dans le comportement viscoélastique. Lors de changements de teneur en eau, les phénomènes de sorption influencent considérablement la réponse différée du matériau. La première adsorption après chargement ainsi que la désorption induisent une augmentation de la complaisance alors que l'adsorption la réduit. Une première approche quantitative a été réalisée par Ranta-Maunus (1975) avec la définition de « coefficients hygroviscoélastiques » représentant la pente  $dJ/dw$  nommés  $a^{++}$  pour la première adsorption,  $a^+$  pour les adsorptions ultérieures et  $a^-$  pour la désorption (fig. I.51.a). Hunt (1984) constate la dépendance de ces coefficients à la déformation au fur et à mesure des cycles de sorption réalisés (fig. I.51.b).

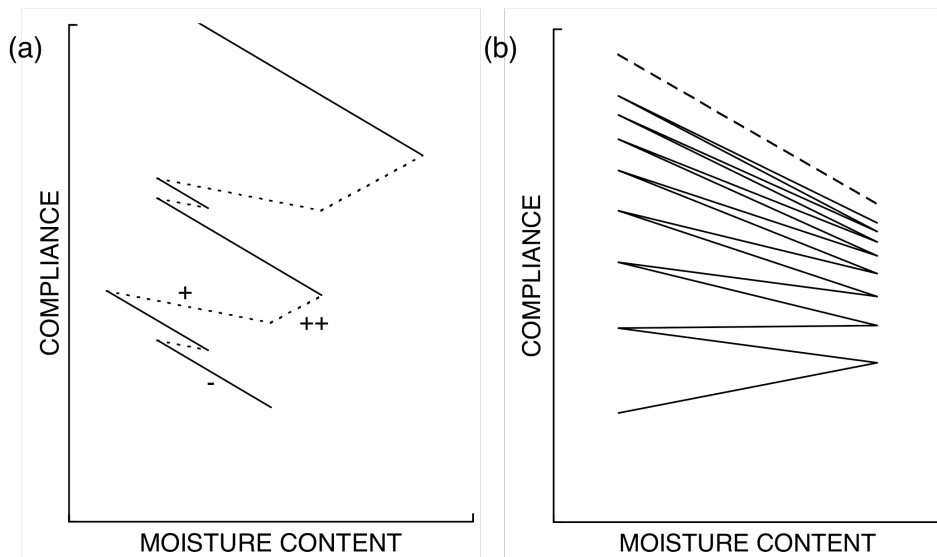


FIGURE I.51 – Courbes théoriques d'évolution de la complaisance selon la teneur en eau (a) avec ces valeurs constantes de  $a^{++}$ ,  $a^+$ , et  $a^-$  (adsorption ... , désorption —) (d'après Hunt (1984)) et (b) vers une limite de fluage avec une dépendance à la déformation des coefficients hygroviscoélastiques (d'après Hunt (1989))

Concernant la première adsorption sous chargement ; appelée effet « ++ » ; Hunt (1984) suspecte une forte contribution de l'augmentation de la complaisance avec la teneur en eau dans le coefficient  $a^{++}$ . Hanhijärvi et Hunt (1998) ont tenté d'élucider l'interaction entre le fluage viscoélastique (sous climat constant) et le fluage ponctué par des cycles de teneur en eau. Bien que l'étude des cinétiques montre une interaction, la procédure réalisée ne permettait pas l'étude de l'effet « ++ » à cause du chargement humide des échantillons.

L'étude suivante tente de répondre à la question de l'existence ou non de l'effet ++ durant un fluage dans la direction des fibres.

### I.6.1 Description des résultats

La figure I.52 montre l'évolution des complaisances relatives en fonction de la teneur en eau pour les deux séries d'échantillons chargés A et B.

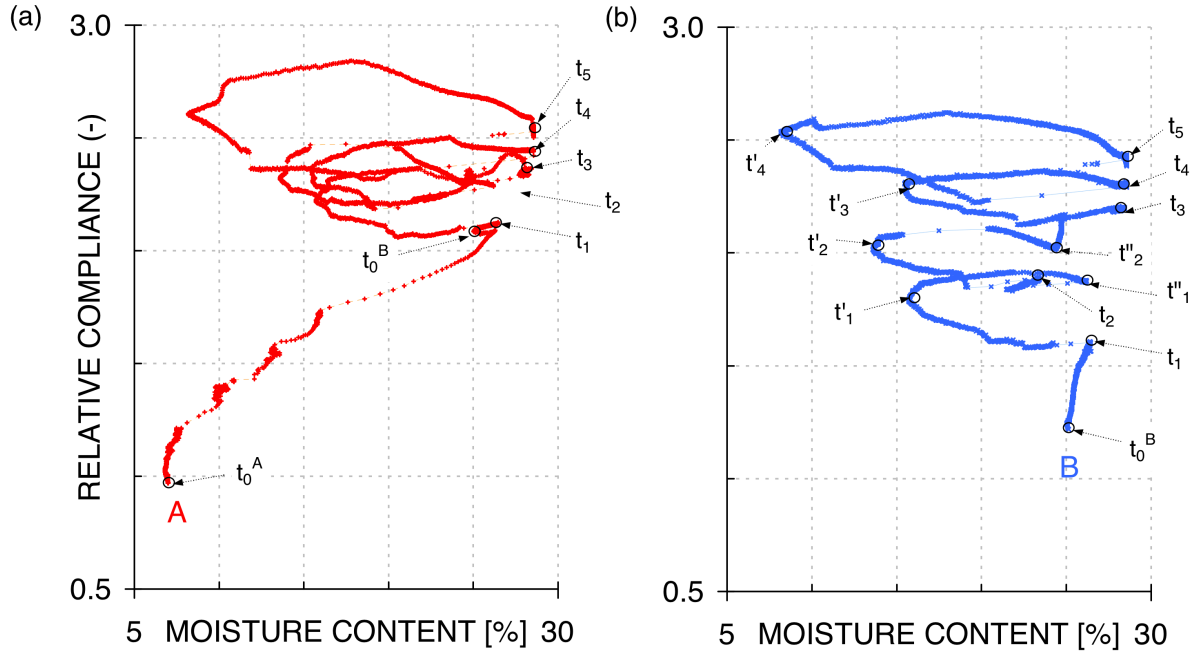


FIGURE I.52 – Trajectoire de fluage en complaisance relative pour les échantillons de la série A chargés à l'état sec  $w_0^A \simeq 7\%$  (a) et de la série B chargés à l'état humide  $w_0^B \simeq 26\%$  (b)

Les cycles de sorption réalisés présentent une grande hystérésis provenant partiellement de l'estimation de la teneur en eau lors de changements rapides. La représentation en trajectoire repose sur l'hypothèse mise en avant par Grossman (1976) d'indépendance du temps dans l'évolution mécanosorptive. Toutefois le temps intervient comme un paramètre indirect par la dépendance de la complaisance à la teneur en eau (comme vu précédemment) et par la cinétique de fluage qui se poursuit. Il est impossible de réaliser des variations d'humidité instantanément.

Les échantillons du groupe B expriment une réponse mécanosorptive typique similaire à celle effectuée par Hanhijärvi et Hunt (1998). Après leur chargement à l'instant  $t_0^B$ , ils subissent une période de fluage durant 155h. L'ouverture de l'enceinte pour effectuer leur chargement a induit une légère perturbation de l'environnement autour de l'expérience induisant une faible augmentation de la teneur en eau durant cette période de fluage (de l'ordre de 1,3 points). Bien que l'amplitude des différents cycles soit différente, la décroissance de l'incrément de complaisance apporté par chaque cycle de sorption (entre  $t_i$  et  $t_{i+1}$ ) est notable. Ce phénomène fera l'objet de l'étude suivante à propos de l'interaction entre le comportement viscoélastique et mécanosorptif.

Les échantillons du groupe A subissent une période de fluage à l'état sec ( $w \simeq 7\%$ ) durant environ 155h. Au cours de cette phase la stabilité de l'enceinte climatique a induit un faible incrément de teneur en eau (de 0,5 points). Pour les deux groupes d'échantillons A et B, cette faible adsorption créant des phénomènes mécanosorptifs a été négligée.

Cet ensemble d'échantillons a ensuite subi une période d'adsorption jusqu'à une teneur en eau de 26% à  $t_1$ . Par la suite, le premier cycle entre les instants  $t_1$  et  $t_2$  induit un incrément marqué de complaisance alors que les cycles suivants n'apportent qu'une faible augmentation de la complaisance.

La comparaison de l'évolution de la complaisance relative entre ces deux histoires hygro-mécaniques est analysée par la représentation donnée en fig. I.53.

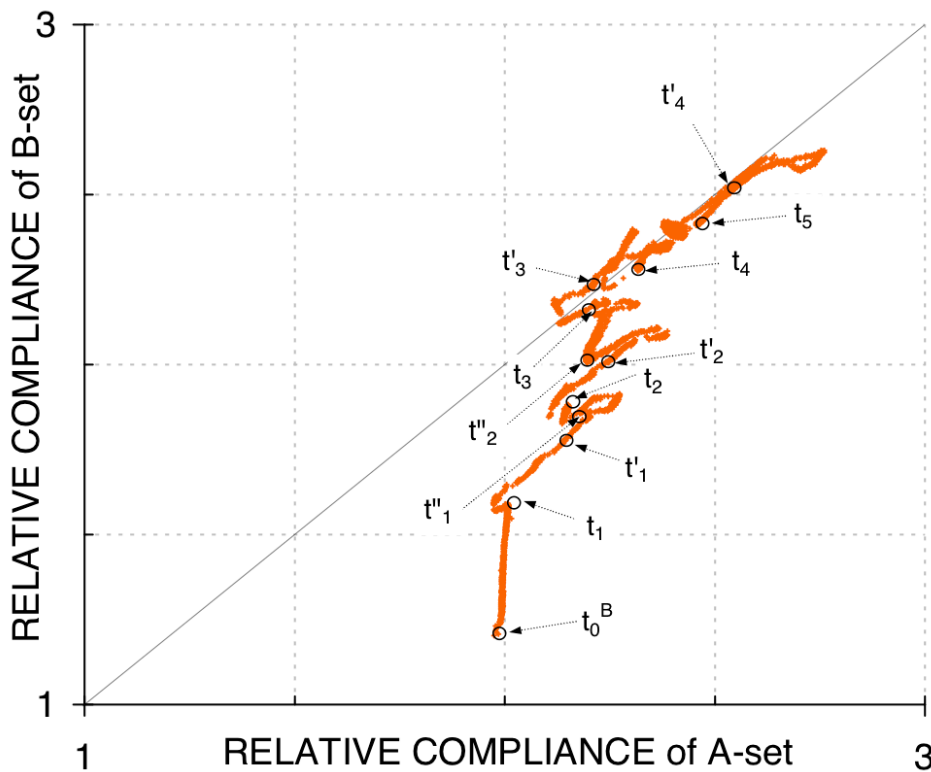


FIGURE I.53 - Évolution de la complaisance des échantillons du groupe B en fonction de celle des échantillons du groupe A

Cette représentation montre que les échantillons du groupe A et du groupe B atteignent une valeur de complaisance relative similaire après les quelques cycles réalisés. Étonnamment les deux groupes se rapprochent lors des phases de fluage humide, nettement visible lors du fluage initial entre  $t_0^B$  et  $t_1$ . Durant les cycles de sorption, l'évolution entre les deux groupes se traduit par une évolution parallèle à la première diagonale.

## I.6.2 Discussion

Même si le calcul de la teneur en eau pourrait être amélioré par une meilleure détermination de l'isotherme de sorption et/ou par des mesures en continu de la masse d'échantillons analogues, la comparaison des niveaux de complaisance atteints reste viable.

### *Autour de l'existence d'un effet « ++ »*

La première question que l'on peut être amené à avoir porte sur l'évolution de la complaisance lors de la première adsorption. Les échantillons du groupe B subissent un fluage

humide à un niveau proche du point de saturation des fibres. A ce niveau de teneur en eau, l'incrément de mécanosorption qu'ils peuvent subir ne peut être que faible. Durant les 155h de fluage, entre  $t_0^B$  et  $t_1$ , la complaisance relative des échantillons B évolue de 1,2 à 1,6.

Les échantillons du groupe A subissent un fluage à l'état sec d'une durée similaire (160h) puis atteignent après la première adsorption sous charge une complaisance relative égale à 2,0. Cette phase de fluage sec et d'adsorption dure environ 500h au total. Le fluage humide des échantillons du groupe B n'ayant duré que 155h, il a été extrapolé linéairement à partir des coefficients établis durant l'étude de l'interaction (fig. I.64). Au bout de 500h de fluage à  $w \simeq 26\%$  les échantillons de ce groupe B auraient atteint une complaisance relative de 1,68. Ce qui induit une différence d'environ  $2,0 - 1,68 \simeq 0,3$  uniquement créée par la mécanosorption. De plus, cette valeur serait supérieure si l'on prenait en compte la légère augmentation de la teneur en eau durant le fluage du groupe B (passant de  $w_0^B = 25,0\%$  lors du chargement à  $w_1^B = 26,4\%$  à la fin du fluage). Ce résultat montre qu'un comportement mécanosorptif a bien eu lieu lors de la première adsorption. La seconde interrogation concerne la nature de cette mécanosorption. Les échantillons du groupe A subissent durant la première adsorption une situation typique d'un effet « ++ ». Si le concept de l'effet « ++ » s'applique au groupe A, un fluage additionnel après les différents cycles devrait s'observer par rapport à l'évolution de la complaisance relative des échantillons du groupe B. Or les deux groupes atteignent des valeurs de complaisance relative similaires démontrant ainsi que l'incrément de complaisance créé lors de la première adsorption n'implique pas un comportement mécanosorptif de nature différente mais un comportement simplement d'adsorption. Le phénomène observé durant la première adsorption n'est pas différent de ceux qui surviennent durant les cycles qui suivent.

Toutefois, durant un cycle de sorption, les phénomènes de pseudo-fluage durant la désorption et de pseudo-recouvrance durant l'adsorption interviennent. Ces phénomènes sont réversibles avec les changements de teneur en eau. A ces phénomènes s'ajoute un incrément de complaisance observé au cours de chaque cycle. Les résultats obtenus tendent à accréditer l'hypothèse que l'adsorption et la désorption sont des procédés équivalents dans la mécanosorption.

Le concept de l'effet « ++ » n'est donc pas pertinent pour le bois. Une modélisation prenant compte de l'évolution de la complaisance avec la teneur en eau et des phénomènes de sorption permettrait une description plus en adéquation avec les processus physiques mis en jeu.

### *Autour de la variabilité de la réponse observée*<sup>2</sup>

L'ensemble des résultats montrés ici repose sur le choix des échantillons appariés (réalisé dans la partie I.4.1.5). Le résultat illustré en figure I.53 montrant l'évolution des deux séries vers une valeur de complaisance similaire peuvent être discutés en observant les échantillons non sélectionnés lors de l'appariement.

---

2. Cette partie à été ajoutée après relecture par les rapporteurs du document.

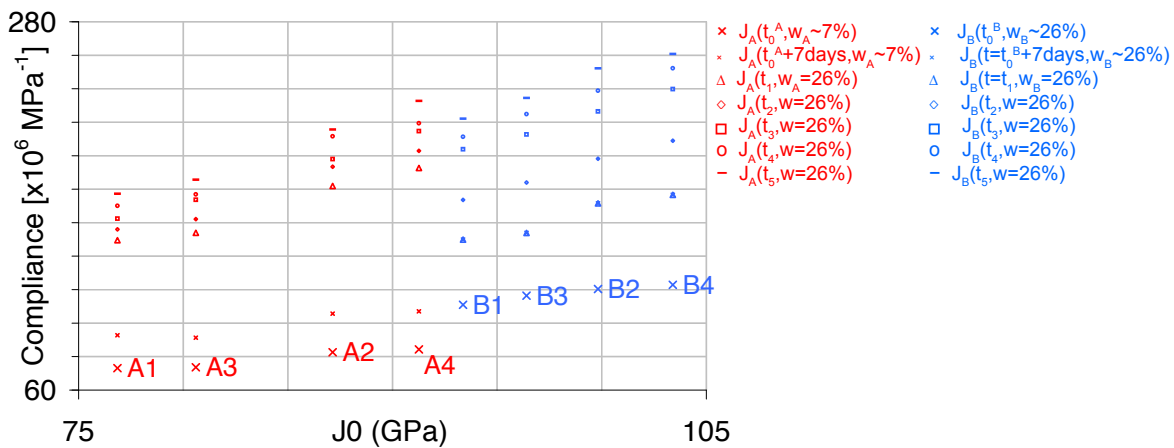


FIGURE I.54 – Evolution de la complaisance des 8 échantillons à différents temps de fluage selon leur complaisance instantanée à  $w=12\%$ .

En choisissant les échantillons B1 et B3 pour constituer un lot proche des échantillons A2 et A4, l'évolution vers une valeur similaire de complaisance relative a été observée. Cependant en représentant la complaisance de l'ensemble des échantillons chargés (fig. I.54), on peut constater pour chaque série une évolution linéaire de la complaisance au cours du temps selon la complaisance instantanée à  $w \simeq 12\%$ . L'évolution obtenue pour la série A reste supérieure aux niveaux de complaisances atteints par la série B (de l'ordre de  $20 \cdot 10^6 MPa^{-1}$ ). Par cette analyse, l'existence d'un effet « ++ » semble demeurer valable. Toutefois, un nombre plus élevés de cycles de sorption aurait certainement permis d'atteindre asymptotiquement un niveau de complaisance identique entre les 2 séries.

### *Autour de l'origine de la mécanosorption*

Les résultats obtenus et les conclusions que l'on peut en déduire sont très dépendantes de l'appariement des échantillons. Les différentes corrections apportées au calcul des complaisances, la sélection d'échantillons à propriétés hygromécanique proches dans chaque groupe, ainsi que l'usage des complaisances relatives permet de réduire la variabilité du matériau. La détermination de la teneur en eau à partir des mesures réalisées a aussi fait l'objet d'une attention particulière nécessaire à l'établissement de ces conclusions.

Au cours des cycles de sorption, une différence de cinétique entre la face comprimée et tendue des échantillons peut induire une augmentation de l'hystérésis visible dans les trajectoires. Si l'on considère l'hypothèse que le chargement mécanique n'influe pas la teneur en eau ni la cinétique de sorption du matériau, une alternative intéressante aux trajectoires obtenues précédemment peut être réalisée en déterminant la teneur en eau des échantillons à partir des déformations hygroscopiques libres (déformation moyenne  $\tilde{\varepsilon}$  de l'échantillon C1). Les déformations hygroscopiques dans la direction longitudinale ne sont pas linéaires avec la teneur en eau, et présentent une hystérésis dans les phases de sorption dépendante de l'angle des microfibrilles (Hunt, 1990). Ces phénomènes sont observables dans les résultats obtenus (fig. I.55).

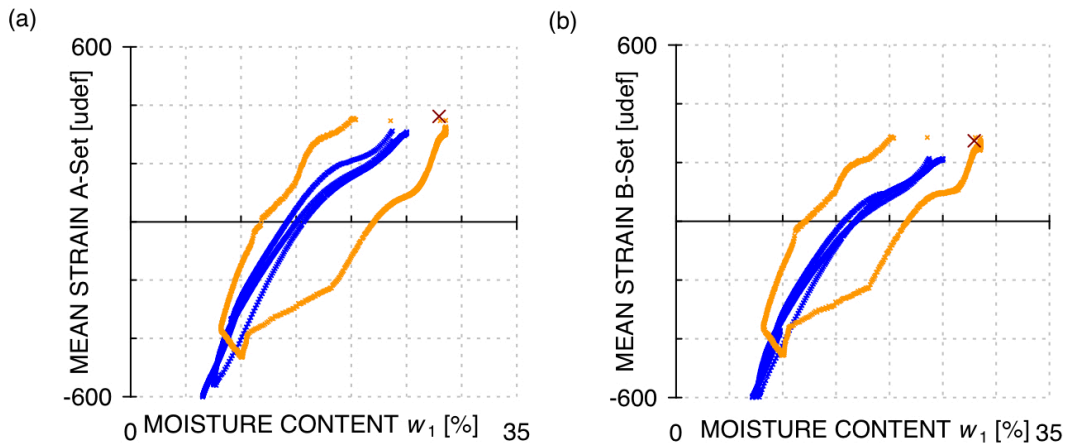


FIGURE I.55 – Evolution de la déformation moyenne des échantillons du groupe A (a) et du groupe B (b) durant la période d'acclimatation (—), durant le dernier cycle de sorption sous charge (—), et à la fin de la recouvrance (×) en fonction de la teneur en eau  $w_1$  établie au paragraphe I.4.1.4

Le calcul réalisé pour la détermination de la teneur en eau peut être envisagé à partir des mesures de déformation hygroscopique libres dont la cinétique de déformation est réalisée dans des conditions analogues aux échantillons sollicités. La relation avec les mesures effectuées de teneur en eau est donnée en fig. I.56.

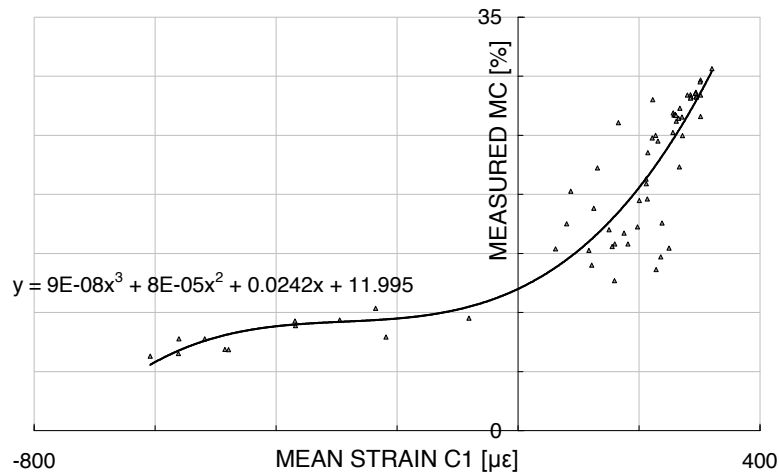


FIGURE I.56 – Evolution des déformations hygroscopiques libres de l'échantillon C1 dans la direction longitudinale avec les mesures de teneur en eau réalisées.

La détermination d'un polynôme de degré 3 minimisant l'écart aux points de mesure permet de quantifier la teneur en eau à partir de l'échantillon non sollicité (C1). Cette estimation de la teneur permet de réduire l'hystérésis. Bien que dans les phases de sorption le chargement tend à faire diminuer faiblement les déformations hydriques, cet effet disparaît à haute humidité.



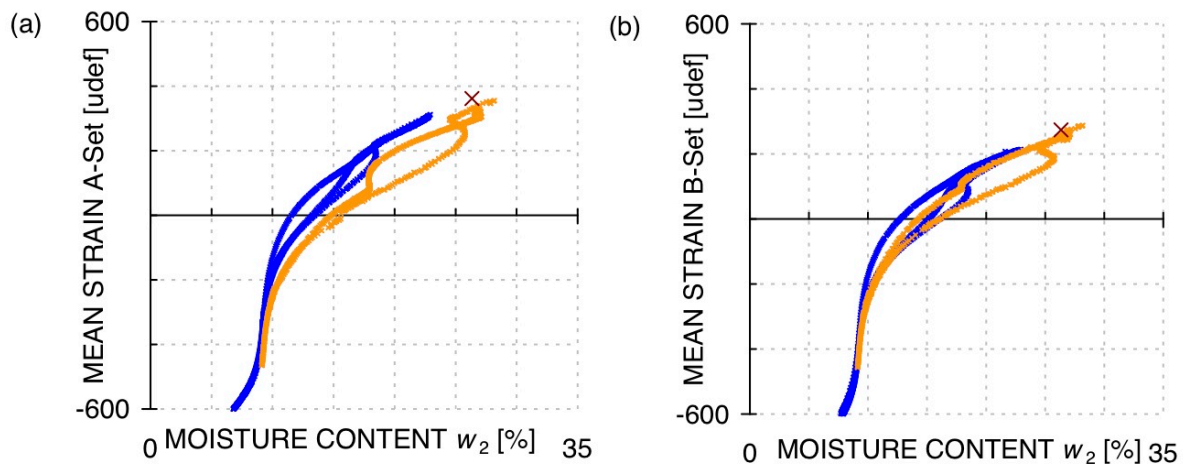


FIGURE I.57 – Evolution de la déformation moyenne des échantillons du groupe A (a) et du groupe B (b) durant la période d’acclimation (—), durant le dernier cycle de sorption sous charge (—), et à la fin de la recouvrance (x) en fonction de la teneur en eau  $w_2$  établie à partir des déformations hydriques libres de l’échantillon C1)

Les trajectoires obtenues avec cette détermination de la teneur en eau (fig. I.58) permettent de réduire la part de l’hystérésis.

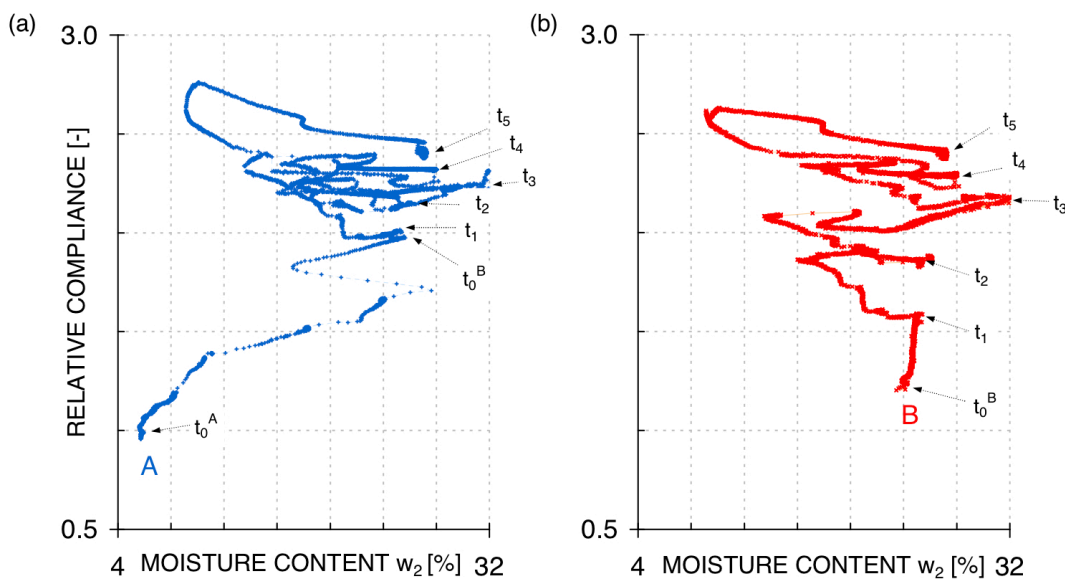


FIGURE I.58 – Trajectoire de fluage en complaisance relative avec une teneur en eau déterminée par la déformation hygroscopique d’un échantillon non sollicité

Avec cette représentation, les cycles n’apparaissent plus sous forme courbe mais sous la forme de segments dont la pente est plus aisément identifiable, notamment pour le groupe B (fig. I.58b). Cependant l’objectif ici n’est pas de quantifier les pentes au cours des phases de sorption, mais de voir que l’usage de la teneur en eau comme paramètre

dans les trajectoires de fluage peut être remis en question.

Une alternative à ces trajectoires, telles que définies par Hunt (1984), consiste à représenter la déformation d'un échantillon directement en fonction de la déformation moyenne du même échantillon. Dans cette représentation la déformation hygroscopique est vue comme le paramètre descriptif de la déformation relative des échantillons  $\bar{\varepsilon} = \varepsilon/\varepsilon^0$  (avec  $\varepsilon^0$  la déformation instantanée utilisée pour le calcul de  $J^0$ ). Ces trajectoires pourraient s'appeler des *trajectoires propres* (en anglais *self-trajectories*). Contrairement à la présentation des résultats précédents par groupe de deux échantillons, les trajectoires propres sont représentées par échantillon.

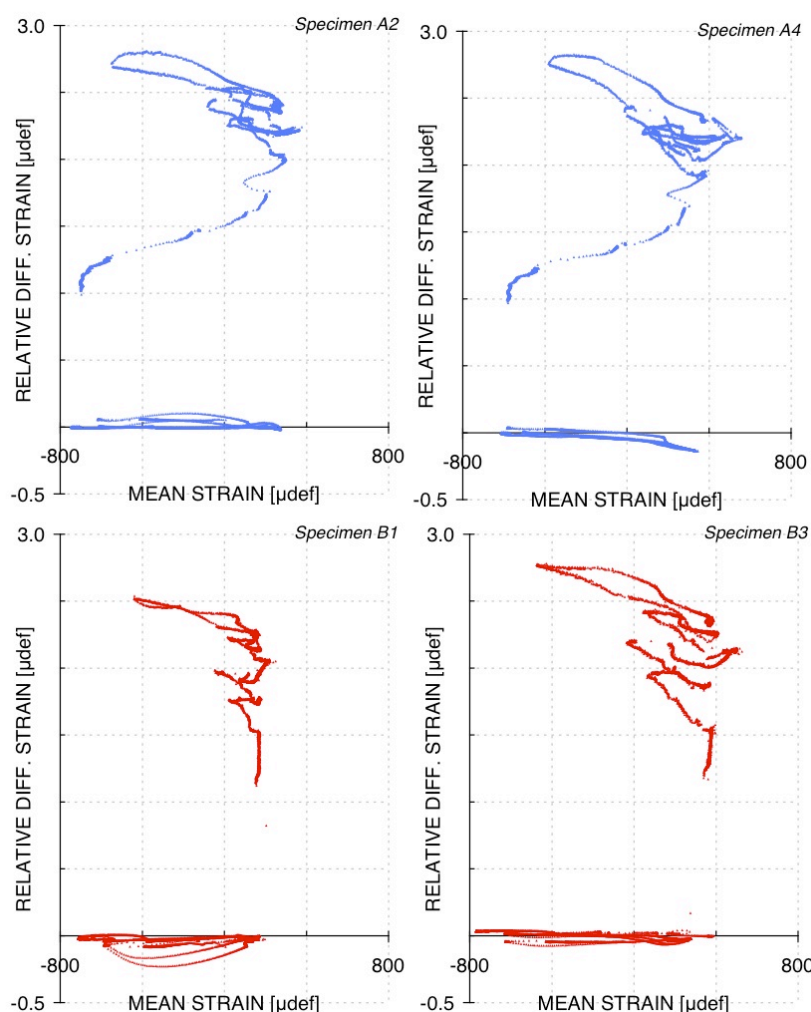


FIGURE I.59 – Représentation des résultats sous forme de trajectoire propre : déformation relative en fonction de la déformation moyenne, pour les 4 échantillons sélectionnés.

La réponse pour les échantillons d'un même groupe est similaire. Le RMS est de l'ordre de 0.10 pour le groupe A et 0.11 pour le groupe B durant les phases d'acclimatation et de fluage.

Toutefois, cette représentation, bien que expérimentalement pratique, nécessiterait un

modèle de comportement pour étudier qui des changements de teneur en eau ou des déformations hygroscopiques est à l'origine de la mécanosorption.

*Autour de l'influence du chargement*

Les représentations de la complaisance réalisées sous forme de trajectoires reposent sur l'hypothèse que le matériau a une réponse linéaire à la contrainte. L'évolution de la déformation moyenne est connue grâce à l'usage de jauges sur chaque face de l'échantillon. La figure I.60 montre l'évolution de la déformation moyenne des échantillons des groupes A et B en fonction de celle de l'échantillon non sollicité durant la phase d'acclimatation (sans chargement) et durant le dernier cycle de sorption dans la phase de fluage (avec chargement). Les échantillons du groupe B présentent une faible différence de déformations hygroscopiques entre les phases chargées et non chargées. Cette observation traduit une linéarité de la réponse mécanique au cours de l'essai de fluage.

En revanche, pour les échantillons du groupe A un décalage de la déformation moyenne vers des valeurs négatives est observable et suggère un déplacement de l'axe neutre vers la zone de compression. Cependant cette observation n'a lieu que sur la zone sèche. Pour les deux groupes cette différence disparaît dans la zone humide au cours de laquelle le fluage a principalement été réalisé. De plus, le déchargement n'induit pas de différences avec les cinétiques obtenues durant les deux périodes observées.

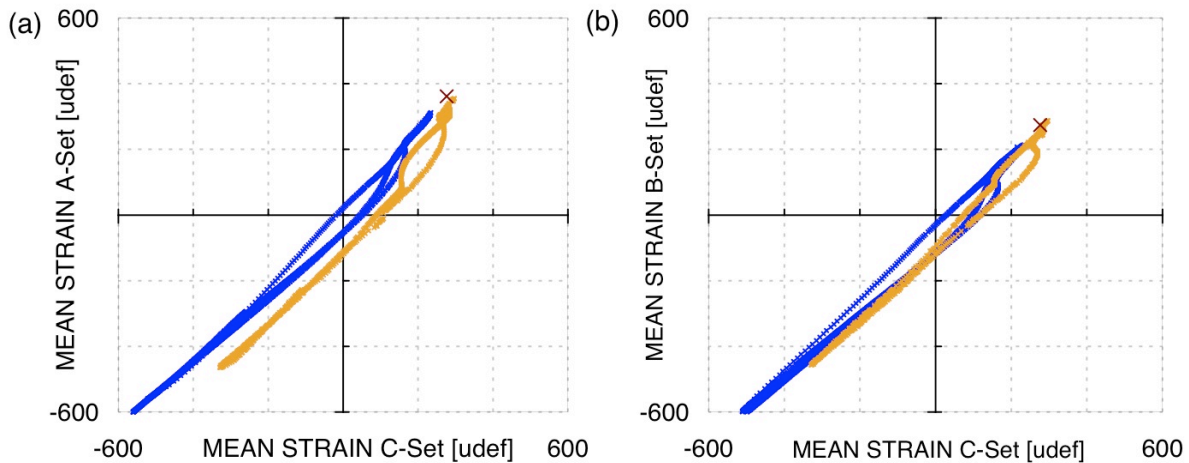


FIGURE I.60 – Déformation moyenne des groupes A (a) et B (b) en fonction de la déformation moyenne de l'échantillon non sollicité durant la phase d'acclimatation (bleu) et le dernier cycle de sorption durant le fluage (orange) ainsi qu'au déchargement (croix rouge).

Ces résultats montrent que la linéarité du comportement est préservée au cours de l'essai, bien qu'un décalage faible soit observable pour la série A durant les cycles. Une description plus approfondie de ce décalage observé à l'état sec serait nécessaire pour parvenir à l'expliquer.

## I.7 Interactions entre les comportements viscoélastiques et mécanosorptifs

Pour décrire le comportement à long terme, il est nécessaire d'étudier l'interaction entre la mécanosorption et la réponse viscoélastique.

### I.7.1 Mise en évidence du couplage entre le comportement viscoélastique et mécanosorptif

Des résultats importants dans cette approche ont été apportés par Hanhijärvi et Hunt (1998) en observant l'influence de cycles de teneur en eau sur la cinétique de fluage. Ils quantifient l'interaction entre le comportement viscoélastique et mécanosorptif par une évolution de la pente des cinétiques de fluage en logarithme du temps après plusieurs cycles consécutifs de teneur en eau.

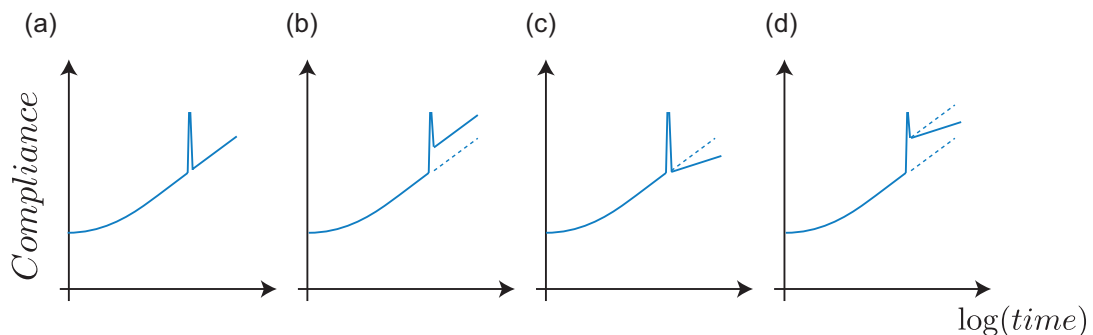


FIGURE I.61 – Illustration des différentes possibilités d'interaction entre le comportement viscoélastique et mécanosorptif. L'apport de la mécanosorption sur le comportement viscoélastique peut être nul (a) ou constant (b) pouvant s'adjoindre d'une modification de la réponse viscoélastique sans incrément (c) ou avec (d).

Deux types de comportement peuvent se distinguer.

- Soit les phénomènes viscoélastiques et mécanosorptifs sont découplés. L'apport induit par la mécanosorption peut alors être nul (fig. I.61a) ou constant sur le comportement viscoélastique (fig. I.61b). Un modèle associant en série les deux effets permettrait de représenter ce type de comportement (fig. I.62a).
- Soit les phénomènes sont couplés. La mécanosorption induit une modification de la réponse viscoélastique et se traduit par une évolution de la pente dans la cinétique d'évolution (fig. I.61c) qui peut s'adjoindre à un incrément de compliance (fig. I.61d). Dans ce cas, une modélisation combinée serait plus adaptée (fig. I.62b).

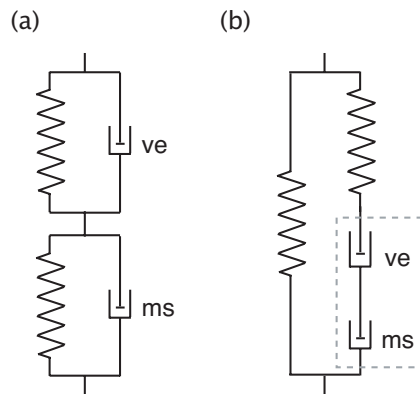


FIGURE I.62 – Modèles de description du comportement viscoélastique et mécanosorptif (a : association en série, b : modèle combiné) (d’après Hanhijärvi et Hunt (1998))

Les résultats obtenus par Hanhijärvi et Hunt (1998) montrent clairement une évolution de la pente après plusieurs cycles de sorption ainsi qu’un incrément de déflexion relative (fig. I.63).

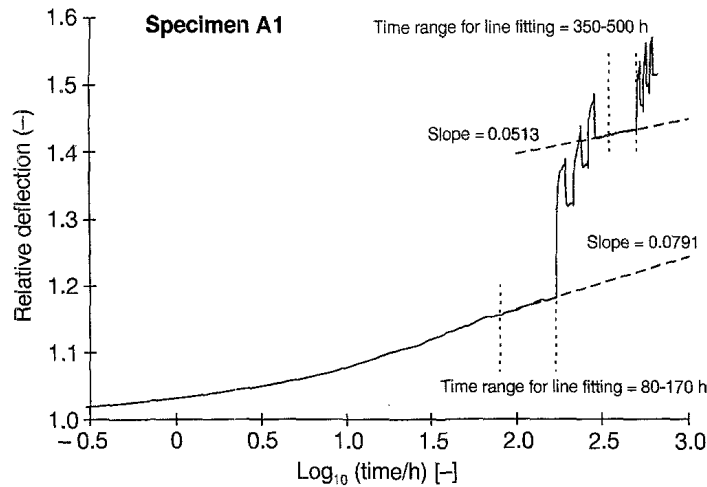


FIGURE I.63 – Flèche relative suivant le logarithme du temps

Au cours de l’expérience réalisée, l’étude de l’interaction entre les comportements viscoélastiques et mécanosorptifs est menée sur les échantillons du groupe B qui subissent une histoire hygromécanique typique d’un essai mécanosorptif. À la différence de Hanhijärvi et Hunt (1998) dont les périodes de fluage ont été réalisées à  $w \simeq 15,5\%$ , les échantillons du groupe B ont subi un fluage à une teneur en eau proche du point de saturation des fibres ( $w \simeq 27\%$ ).

Les résultats sont présentés en valeur moyenne de la complaisance relative à un même instant hygrothermique pour les deux échantillons sélectionnés (B1 et B3) (fig. I.64).

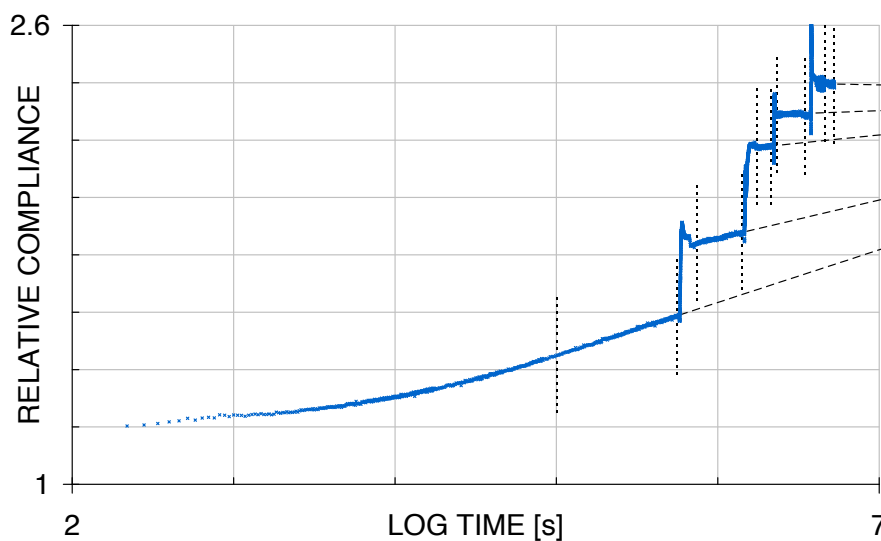


FIGURE I.64 – Evolution de la complaisance relative moyenne du groupe B (  $\cdots$  : plage de logarithme pour l'extrapolation linéaire, - - - : extrapolation linéaire)

Les cycles de sorption induisent deux effets observables sur la réponse viscoélastique. Tout d'abord, une nette diminution de la pente de la cinétique de fluage est quantifiable. L'évolution de cette diminution au cours des cycles est récapitulée dans le tableau I.6 avec pour chaque période la grandeur du domaine temporel utilisée pour l'extrapolation linéaire du comportement.

	<b>Ecart log.</b>	<b>Durée (h)</b>	<b>dJ/dlog(t)</b>
Initial	0,74	127	0,184
Après 1 <sup>er</sup> cycle	0,28	190	0,133
Après 2 <sup>nd</sup> cycle	0,09	109	0,058
Après 3 <sup>eme</sup> cycle	0,17	317	0,021
Après 4 <sup>eme</sup> cycle	0,06	185	-0,011

TABLE I.6 – Indication du domaine logarithmique (écart logarithmique) et temporel (durée) associé à l'étude de l'évolution de la pente après chaque cycle de sorption (dJ/dlog(t)).

Dans cette représentation, la détermination de la pente après chaque cycle s'accompagne d'une diminution du domaine logarithmique du temps. La pente après le premier et le troisième cycle est représentative d'une extrapolation linéaire du comportement. Cependant pour le deuxième et le dernier cycle le domaine logarithmique est trop faible pour établir une extrapolation du comportement avec suffisamment de confiance (d'où la détermination de pentes négatives). La réalisation d'un domaine constant en logarithme du temps et de largeur suffisante aurait apporté une plus grande confiance dans le calcul des pentes mais est une réelle difficulté expérimentale de par le temps nécessaire. Toutefois ce changement de pente montre bien l'interaction induite par la mécanosorption sur la cinétique d'évolution viscoélastique. Autant les résultats de Hanhijärvi et Hunt

(1998) que les nôtres montrent qu'une modélisation à activation indépendante n'est pas pertinente pour prédire le comportement différé du matériau bois.

Le second effet lié aux cycles de sorption a lieu dans l'augmentation du niveau de complaisance. Plusieurs auteurs (comme Grossman (1976); Hunt et Shelton (1987), Hunt (1999) ...), ayant observé cette augmentation de complaisance, considèrent la mécanosorption comme une accélération du fluage. Une étude quantitative de l'effet mécanosorptif sur la cinétique de fluage est fournie par Matar (2003) (fig. I.65).

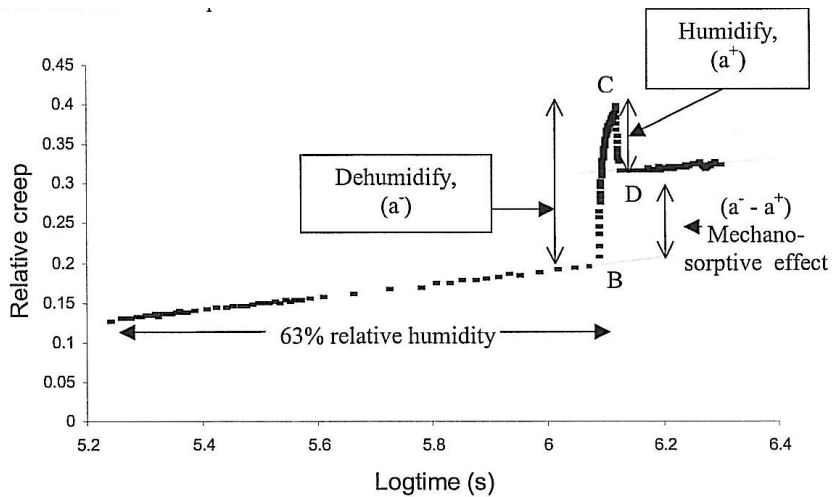


FIGURE I.65 – Incrément et changement de pente induits par l'effet mécanosorptif (désorption de 63%HR à 20%HR puis adsorption jusqu'à 63%) sur la cinétique de fluage (Matar, 2003)

Il montre que l'incrément apporté par la mécanosorption diminue lorsque le module spécifique augmente, et par conséquent qu'une diminution de l'angle des microfibrilles diminue l'effet mécanosorptif (fig. I.66).

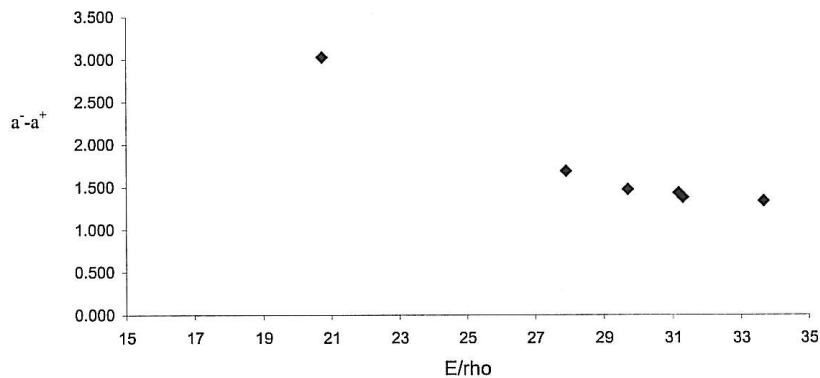


FIGURE I.66 – Evolution de la pente  $a^- - a^+$  selon le module spécifique (Matar, 2003)

Dans cette expérience, Matar (2003) réalise un protocole similaire en temps de fluage et en cycle de sorption. Cependant, l'incrément de complaisance relative est certainement

dépendant de l'amplitude du cycle, ou encore de la teneur en eau minimale atteinte lors du cycle, ce que montrent les données obtenues dans notre expérience (tableau I.7).

	Incrément de complaisance relative [-]	Teneur en eau minimale [%]	Amplitude du cycle [-]	Complaisance relative avant cycle [-]	Ratio de complaisance relative mécanosorptive [-]
1 <sup>er</sup> cycle	0,253	15,7	8,4	1,633	1,155
2 <sup>nd</sup> cycle	0,296	14,0	10,3	1,931	1,153
3 <sup>eme</sup> cycle	0,110	15,5	12,7	2,215	1,05
4 <sup>eme</sup> cycle	0,104	9,0	19,6	2,239	1,04

TABLE I.7 – Résultats quantifiés au cours de chaque cycle de l'incrément de complaisance relative apporté par le cycle mécanosorptif, la teneur en eau minimale atteinte au cours du cycle, la complaisance relative avant le cycle et le ratio de complaisance relative créé par le cycle mécanosorptif par rapport au niveau de complaisance relative avant cycle.

Il est cependant difficile et ambitieux, uniquement à partir de ces quatre cycles, de quantifier l'incrément de complaisance relative induit par la mécanosorption. On peut toutefois noter la diminution du ratio de complaisance relative apporté par la mécanosorption sur le niveau de complaisance relative avant cycle.

## I.7.2 Extrapolation du comportement à long terme

Au travers de ces cinétiques de fluage, l'étude d'un comportement à long terme peut être envisagée en réalisant une extrapolation linéaire à partir d'un domaine en logarithme du temps décrivant l'évolution de la complaisance relative.

### I.7.2.1 Extrapolation linéaire du comportement à 50 ans

La limite haute des Eurocodes pour les durées de chargement permanent est établie à 50 ans (soit  $10^{9.18}$ s). La quantification de la complaisance relative à cette durée peut être extrapolée linéairement à partir du fluage initial et des cycles successifs (fig. I.67). Cette analyse est effectuée avec les domaines logarithmiques établis précédemment.



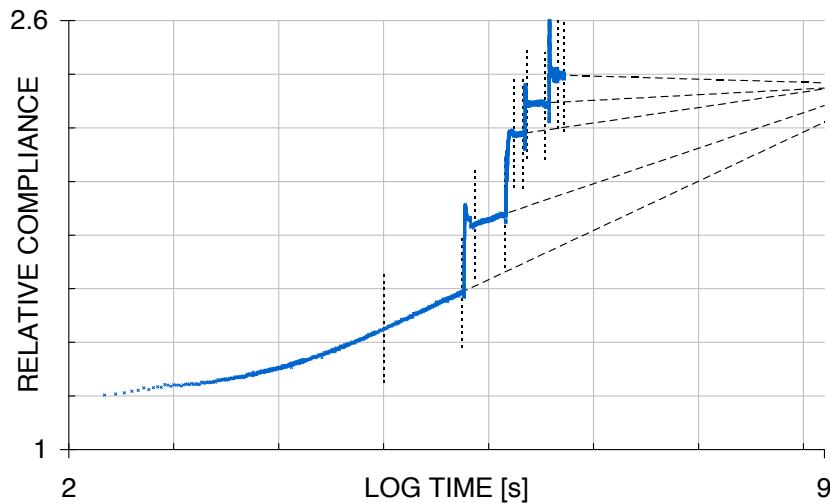


FIGURE I.67 – Résultats quantifiés de la complaisance relative pour les échantillons du groupe B avec l'extrapolation linéaire du comportement viscoélastique au cours des cycles de sorption (figure identique à la figure I.64 mais présentée avec un axe X jusqu'à 9.2)

La sensibilité de la détermination de la complaisance à  $t=50$  ans est comme précédemment induite par un domaine logarithmique réduit. Mais on peut noter une valeur moyenne de  $J(t = 50 \text{ ans}) = 2.3$  (tableau I.8).

	$J(t=50\text{ans})$
Après 1 <sup>er</sup> cycle	2,283
Après 2 <sup>nd</sup> cycle	2,345
Après 3 <sup>eme</sup> cycle	2,349
Après 4 <sup>eme</sup> cycle	2,368

TABLE I.8 – Détermination de la complaisance relative après 50 ans de chargement à  $w = 26\%$  et suite aux différents cycles à partir des extrapolations linéaires établies précédemment.

### I.7.2.2 Comparaison avec les valeurs des Eurocodes.

Ces valeurs sont directement comparables aux coefficients  $k_{def}$  décrits par les Eurocodes. Dans notre cas, la situation expérimentale mise en oeuvre correspond à une classe de service de niveau 3, soit un  $k_{def} = 2,00$  auquel il faut ajouter 1,00 dans la situation d'un bois proche du point de saturation des fibres pouvant sécher sous charge (*i.e.* le cas de la mécanosorption à haute humidité). Cela amène à une déformation relative de  $\varepsilon/\varepsilon_0 = 3 + 1 = 4$ . La prédiction réalisée au cours de l'analyse de la recouvrance de la déformation relative à 50 ans avait déterminé une valeur proche de 2,3 ainsi qu'une valeur maximale atteinte en tenant compte du pseudo-fluage de 2,8. Le coefficient  $k_{def}$  de classe de service de niveau 3 avec séchage à haute humidité n'est pas mis en défaut par les expérimentations menées ici.

Toutefois, la détermination d'un coefficient prédictif de la déformation finale à partir

de l'étude menée n'est pas si évidente. Quelques éléments importants sont à prendre en compte :

- Les Eurocodes sont principalement appliqués à des structures du génie civil ou architecturales mettant en oeuvre des géométries plus grandes que celles employées dans ces essais. L'utilisation de géométries plus réduites facilite l'expérimentation et l'analyse des propriétés matérielles mais de fortes cinétiques de transfert hydriques sont créées pour atteindre rapidement un état d'équilibre hydrique. Pour des éléments de structures utilisés en génie civil les gradients d'humidité subis sont plus faibles que ceux réalisés dans notre expérience et pour des géométries plus grandes. Tout cela tendrait à établir un facteur plus faible que celui déterminé.
- Les échantillons utilisés ne présentent pas de défauts comme des hétérogénéités ou des noeuds pouvant altérer les propriétés mécaniques des éléments.
- L'étude menée a été portée sur une seule essence, l'épicéa. Bien que très utilisée en structure, la détermination de coefficients de prédiction du comportement mécanique du bois ne peut s'établir à partir d'une seule expérimentation sur une seule essence.
- L'étude a été menée dans des conditions isothermes alors que des gradients forts de température peuvent subvenir à des éléments de structure.

Le travail de Matar (2003) préconise la prise en compte de la qualité du bois dans la prédiction du comportement à long terme basée sur l'estimation du module spécifique. Pour le fluage des échantillons du groupe A, l'extrapolation affine du fluage à sec donne une complaisance relative à 50 ans de 1,8 mais illustre bien la difficulté de déterminer ces valeurs pour des domaines logarithmiques faibles. (fig. I.68).

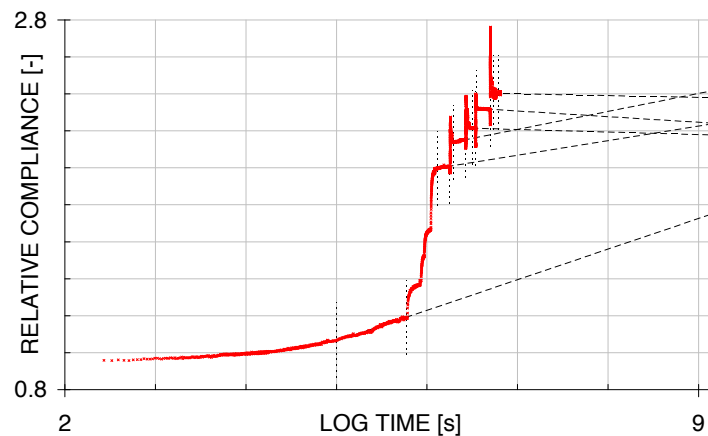


FIGURE I.68 – Résultats quantifiés de la complaisance relative pour les échantillons du groupe A avec l'extrapolation linéaire du comportement viscoélastique au cours des cycles de sorption

La vision de la mécanosorption comme accélérateur de l'effet du temps a été initiée par la constatation de l'augmentation du niveau de complaisance lors des cycles de sorption. Cependant cette idée d'accélération peut prêter à confusion. La cinétique de fluage n'est pas plus rapide après le cycle que ce qu'elle n'était avant le cycle. Il semble plus judicieux de penser l'apport de la mécanosorption comme un décalage temporel. De plus, le changement de pente induit par chaque cycle montre que l'hypothèse émise précédemment d'un fluage linéaire à long terme n'est pas valable.

Il est donc indispensable de considérer la cinétique d'évolution de la complaisance viscoélastique comme tendant à long terme vers une complaisance finie (fig. I.69). Dans cette approche, les modèles à activation indépendante seraient valables si le terme mécanosorptif n'apportait qu'un décalage temporel dans la courbe maîtresse de fluage viscoélastique.

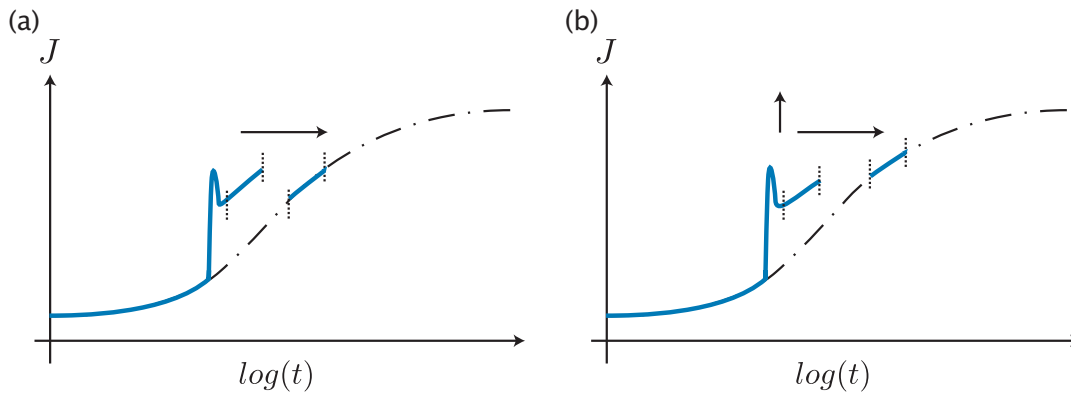


FIGURE I.69 – Illustration de l'idée d'un décalage temporel du fluage induite par un cycle de sorption : (a) cas à activation indépendante, (b) cas à activation combinée (– · – : cinétique viscoélastique).

La difficulté expérimentale consiste alors à établir cette courbe maîtresse. Pour cela des modèles de comportement non linéaire vont être mis en oeuvre pour prédire le comportement à long terme.

## I.8 Identification d'un comportement différé asymptotique

La description de la cinétique de fluage du bois par une extrapolation du fluage à long terme du bois au moyen d'une fonction affine du logarithme du temps demeure peu réaliste puisqu'elle se traduit tout de même par une déformation non bornée sur le long terme. L'utilisation de modèles paraboliques, proposée pour le bois par Huet (1988) permet de pallier cet inconvénient et de se rapporter à une description plus réaliste de la physique en jeu. Dans ces travaux, Huet (1988) fait la promotion du plan complexe comme un mode de représentation commode des phénomènes viscoélastiques linéaires.

### I.8.1 Modèles paraboliques appliqués au fluage

#### I.8.1.1 Mise en oeuvre des modèles paraboliques et des plans complexes

La mise en oeuvre de modèles paraboliques, détaillée de façon théorique dans la partie I.1.2.3, permet de représenter le fluage des échantillons dans un plan complexe décrivant l'évolution de la complaisance de perte  $J''$  en fonction de la complaisance de conservation  $J'$ . Dans cette représentation, la norme de l'axe Y est identique à celle de l'axe X faisant apparaître un arc de cercle. Lorsque cette précaution n'est pas réalisée, les plans complexes peuvent apparaître sous formes d'ellipses avec les axes du graphique comme axe de symétrie.

Les résultats expérimentaux donnent la complaisance  $J'$  selon le logarithme du temps. La complaisance  $J''$  nécessite la détermination de la dérivée  $\frac{dJ(\log(t))}{d\log(t)}$ . Les valeurs de complaisances sont interpolées au moyen d'un polynôme du second degré parcourant les données avec une fenêtre de largeur  $\log(t) = 1$  sur un domaine en logarithme du temps allant de 2 à 5,7. A chacun des points d'interpolation, la valeur de la complaisance relative et la dérivée sont déterminées.

L'extrapolation des données dans le plan complexe est établie par la méthode des moindres carrés pour minimiser l'écart entre l'arc de cercle et entre les données interpolées précédemment. Les coordonnées du centre de cercle établies par cette méthode  $(X_c, Y_c)$  ainsi que le rayon  $R$  permettent d'établir les paramètres  $J_0$  (complaisance instantanée),  $J_1$  (complaisance finale),  $\alpha$  (l'angle du modèle avec l'axe X) et  $p$  (paramètre du modèle parabolique) :

$$J_0 = X_c - \sqrt{R^2 - Y_c^2} \quad (\text{I.25})$$

$$\alpha = \text{atan} \left( \frac{J_0 - X_c}{Y_c} \right) \quad (\text{I.26})$$

$$J_1 = 2R \sin \alpha \quad (\text{I.27})$$

$$p = 2\alpha/\pi \quad (\text{I.28})$$

Un exemple de représentation des données de fluage dans le plan complexe est donné en figure I.70 pour l'échantillon B3.

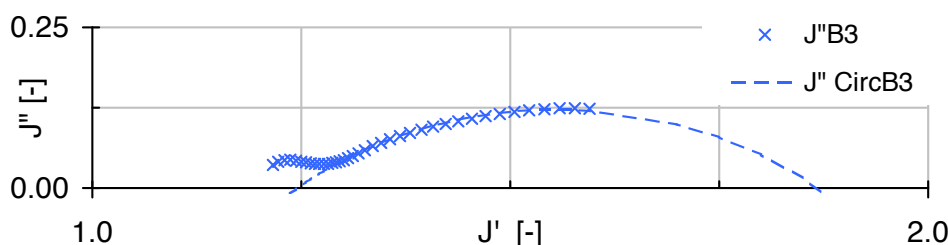


FIGURE I.70 – Plan complexe lors du fluage humide pour l'échantillon B3 ( $\times$  données et - - - extrapolation parabolique).

### I.8.1.2 Résultats

Un premier mécanisme se distingue dans les premiers points de mesure. Cependant, bien qu'il soit possible que des mécanismes à court terme (inférieurs à environ  $10^3$ s) interviennent dans la cinétique de fluage, ce domaine est fortement influencé par les paramètres de lissage (à savoir la taille de la fenêtre glissante d'interpolation polynomiale) ainsi que par les conditions d'application du chargement. On ne s'intéresse ici qu'au comportement à long terme. Pour ce faire, les extrapolations par modèles paraboliques sont faites dans le sens inverse du temps ; des derniers points de mesures jusqu'au début du mécanisme à long terme.

Les résultats obtenus dans les plans complexes durant la phase de fluage initial, à l'état sec ( $w \simeq 7\%$ ) pour les échantillons du groupe A et à l'état humide pour les échantillons du groupe B ( $w \simeq 26\%$ ) sont donnés en figure I.71 et dans le tableau I.9.

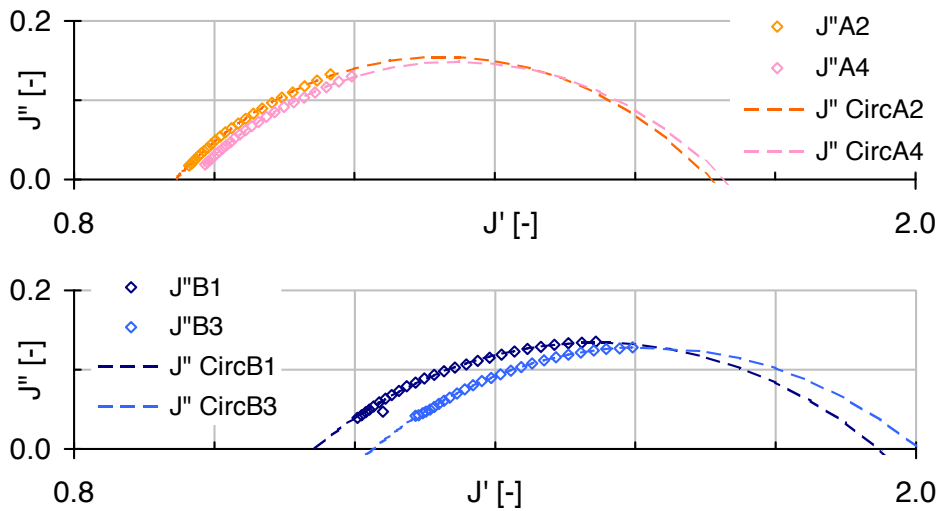


FIGURE I.71 – Extrapolation des périodes de fluage dans le plan complexe (haut : groupe A, bas : groupe B).

	<b>A<sub>1</sub></b>	<b>A<sub>2</sub></b>	<b>A<sub>3</sub></b>	<b>A<sub>4</sub></b>	<b>B<sub>1</sub></b>	<b>B<sub>2</sub></b>	<b>B<sub>3</sub></b>	<b>B<sub>4</sub></b>
<b>J(t=0)</b>	0.958	0.945	0.931	0.965	1.142	1.226	1.226	1.180
<b>J(t=∞)</b>	1.874	1.708	1.699	1.727	1.948	2.358	2.006	2.360
<i>p</i>	0.469	0.491	0.450	0.474	0.409	0.360	0.405	0.348

TABLE I.9 – Valeurs des paramètres du modèle parabolique pour chaque échantillon durant le fluage

Ici les résultats ne sont pas normés entre les axes pour mettre en avant la qualité de l'adéquation entre le modèle et les données expérimentales interpolées. Une étude de la sensibilité de la détermination de la complaisance à  $t = \infty$  selon le domaine d'interpolation montre une meilleure adéquation entre les données interpolées et le modèle avec une largeur de domaine  $l_{min} = 1, 2$  (tableau I.10). On peut constater que la sensibilité à ce paramètre est plus grande pour les échantillons du groupe B que pour ceux du groupe A.

	$l_{min}$	<b>0,6</b>	<b>0,8</b>	<b>1</b>	<b>1,2</b>	<b>1,4</b>
<b>A</b>	J(t=∞)	1,71	1,77	1,73	1,72	1,72
	RMS x10 <sup>-5</sup>	14,2	5,82	3,02	2,93	3,3
<b>B</b>	J(t=∞)	1,83	1,86	1,91	1,98	2,08
	RMS x10 <sup>-5</sup>	3,94	6,28	5,7	3,9	13,6

TABLE I.10 – Sensibilité de la détermination de la complaisance moyenne de chaque groupe à  $t = \infty$  selon la largeur du domaine d'interpolation  $l_{min}$

L'étude du comportement en fluage à long terme permet au moyen de modèles paraboliques une meilleure estimation des coefficients prédictifs. La description de la cinétique

d'évolution dans le domaine temporel à partir de l'extrapolation dans le plan complexe nécessite la mise en place d'un schéma de résolution explicite ayant pour paramètre la première valeur de complaisance notée  $J_I$  à  $\log t = 2$  s, calculée par la relation I.29 et ajustée sur les mesures de complaisance pour chaque échantillon.

$$J^{model} = J_I + \Delta t \left( Y_c + \sqrt{R^2 - (J_I - X_c)^2} \right) \frac{2 \ln 10}{\pi} \quad (I.29)$$

La minimisation du RMS par le paramètre  $J_I$  permet d'obtenir les résultats donnés en figure I.72. La discontinuité de la cinétique de l'échantillon B1 à  $\log(t) = 3$  s est créée par l'interpolation des données dans la plage logarithmique. Cependant les données interpolées dans les temps courts influent peu sur la réponse à long terme.

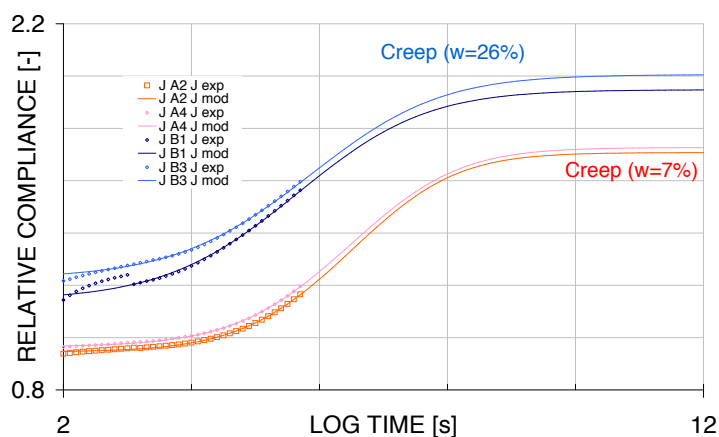


FIGURE I.72 – Evolution de la complaisance relative jusqu'à 50 ans pour chaque échantillon des groupes A ( $w \simeq 7\%$ ) et B ( $w \simeq 26\%$ ) par extrapolation des mesures dans le plan complexe

Le principal intérêt de cette représentation est de fournir l'évolution de la complaisance à un temps voulu, et particulièrement après 50 ans de chargement sous climat constant. Il est donc permis de comparer les valeurs à 50 ans entre les deux modèles mis en oeuvre : le modèle linéaire et le modèle parabolique (fig. I.73).

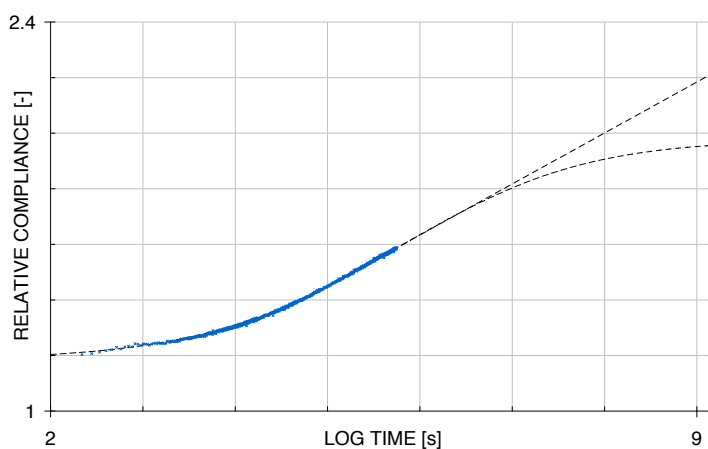


FIGURE I.73 – Evolution de la complaisance pour le groupe B et comparaison de l'extrapolation linéaire et parabolique du comportement

Le fluage des échantillons du groupe A réalisé à sec amène grâce à l'extrapolation dans le plan complexe à une complaisance relative de  $J_A(t = \infty) \simeq 1,72$ . Alors que dans le cas humide du groupe B la complaisance relative extrapolée est de  $J_B(t = \infty) \simeq 1,98$ . En comparaison avec l'extrapolation linéaire réalisée précédemment à 50 ans ( $J_A^{linear}(t = 50ans, w \simeq 7\%) = 1,8$  et  $J_B^{linear}(t = 50ans, w \simeq 26\%) = 2,22$ ), l'extrapolation parabolique se traduit par une diminution de la complaisance relative à long terme ( $J_A^{parabolic}(t = 50ans, w \simeq 7\%) = 1,72$  et  $J_B^{parabolic}(t = 50ans, w \simeq 26\%) = 1,96$ ). L'extrapolation linéaire du comportement différé était donc une approche pessimiste dans la prédiction à long terme.

Le bilan des résultats de cette analyse du fluage est donné dans le tableau I.11.

	Linéaire $J(t = 50ans)$	Parabolique $J(t = 50ans)$	Parabolique $J(t = \infty)$
A	1,76	1,70	1,72
B	2,22	1,96	1,98

TABLE I.11 – Comparaison des résultats de complaisance relative pour chaque groupe selon l'extrapolation linéaire, parabolique et parabolique à  $t = \infty$ .

La description de la cinétique de fluage par un modèle parabolique permet de quantifier le comportement à long terme de façon plus adéquate qu'une extrapolation linéaire sans réalité physique du comportement du bois.

L'hypothèse d'un apport mécanosorptif qui ne serait qu'un décalage temporel n'est plus valable lorsque l'on compare l'évolution après cycles dans la cinétique de fluage (fig. I.74).

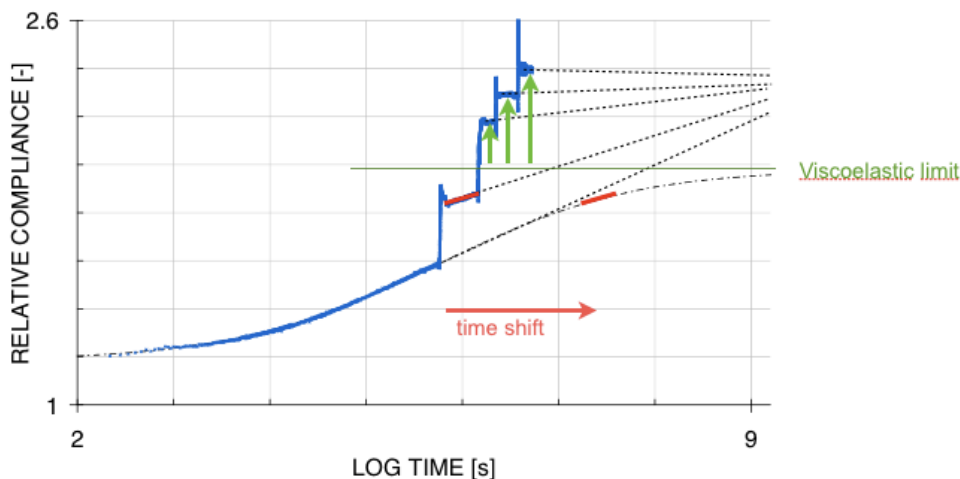


FIGURE I.74 – Evolution de la complaisance pour le groupe B en incluant les cycles de sorption et comparaison avec l'extrapolation parabolique du comportement en fluage humide

Après le premier cycle, la cinétique d'évolution peut s'apparenter à un décalage temporel de la complaisance (fig. I.69). Cependant lors des cycles suivants le niveau de complai-

sance atteint grâce à l'effet mécanosorptif est bien supérieur à celui décrit par le modèle viscoélastique parabolique à haute humidité. Bien que le pseudo fluage amène à des valeurs de complaisance relative élevées de 2,58, la complaisance relative atteinte à la fin de la période de fluage mécanosorptif est de 2,39, soit une différence d'environ 0,4 avec l'extrapolation parabolique du fluage viscoélastique déterminée précédemment de 1,98.

Mais, bien que le chargement des échantillons ait été effectué dans le domaine linéaire viscoélastique et mécanosorptif, on peut se demander si cette déformation totale, viscoélastique et mécanosorptive, est réversible. Le déchargement des échantillons nous amènera à décrire l'éventualité d'une recouvrance totale, traduisant la réversibilité du comportement, ou partielle traduisant la présence de déformation permanente.

## I.8.2 Modèles paraboliques appliqués à la recouvrance

L'analyse mise en oeuvre pour décrire le fluage à long terme au moyen de modèle parabolique va être utilisée pour étudier le comportement différé lors de la recouvrance. Après la phase de fluage à l'état humide, ponctuée de cycles de sorption, les échantillons ont été déchargés à l'état humide et la recouvrance des déformations a été mesurée.

### I.8.2.1 Calcul des complaisances durant la recouvrance

Le calcul de la complaisance durant la recouvrance nécessite l'extrapolation de la déformation avant décharge (fig. I.75.c) afin de respecter le principe de superposition. Pour cela, il est préférable d'extrapoler les déformations dans la représentation logarithmique sur le domaine couvert par la recouvrance en utilisant un domaine logarithmique « local » sur la période de fluage précédant le déchargement (fig. I.75.a). Dans cet essai, la différence entre l'extrapolation et les derniers points de mesure de déformation de la phase de fluage est négligeable.

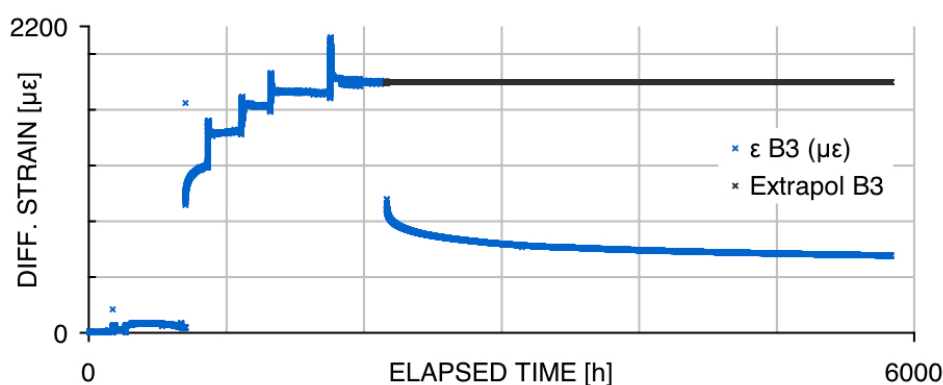


FIGURE I.75 – Extrapolation des déformations avant déchargement à partir du logarithme du temps durant la recouvrance.

La complaisance se calcule alors à partir de la différence de déformation entre l'extrapolation des déformations induites par le fluage, notées  $\varepsilon_e^{(i)}$ , et celles mesurées lors de la



recouvrance pour chaque échantillon sollicité  $i$ , notée  $\Delta\varepsilon_L^{(i)}$ .

$$J^{(i)}(t, w) = \frac{\rho^{(i)}}{\rho^{ref}} \frac{\varepsilon_e^{(i)}(t) - \Delta\varepsilon_L^{(i)}(t)}{\sigma^{(i)}(w)} \quad (I.30)$$

L'évolution de la complaisance relative lors de la recouvrance (aussi définie en divisant cette complaisance par la complaisance instantanée à la teneur en eau de 12%) en logarithme du temps est donnée en fig. I.76 pour les groupes A et B. Un évènement accidentel non climatique, ayant probablement induit un contact entre l'échantillon B1 et le bâti de support, peut être clairement identifié à  $\log t = 6,58$  s et « fausse » la mesure de la complaisance relative du groupe B pour les temps supérieurs. L'évolution de la complaisance relative des échantillons montre un comportement en recouvrance très similaire jusqu'à l'apparition de ce phénomène à  $\log t = 6,58$  s.

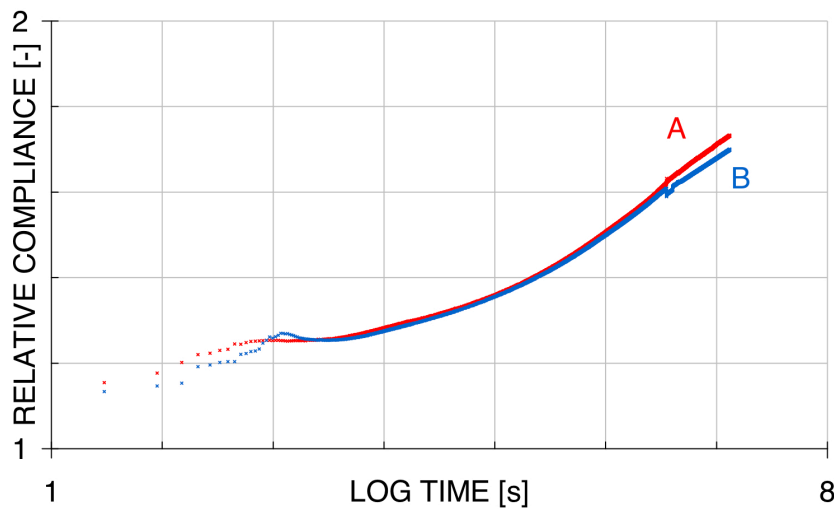


FIGURE I.76 – Evolution de la complaisance relative des échantillons des groupes A et B durant la recouvrance

A la fin de la période de recouvrance, les échantillons du groupe A ont atteint une complaisance relative de 1,73 au bout de  $\log(t) = 7.12$  s (environ 22 semaines) et sensiblement moins de 1,70 pour le groupe B, dû au contact de l'échantillon B1.

Dans la description du comportement à long terme, la recouvrance possède une propriété intéressante. La recouvrance des déformations suit l'essai de fluage. Le niveau de déformation atteint à la fin de la phase de fluage (lors du déchargement) est une quantité connue. La complaisance maximale lors d'un essai de recouvrance est connue et atteinte lors d'une recouvrance totale.

### I.8.2.2 Evolution de la recouvrance

Pour déterminer si la recouvrance est totale ou partielle, l'extrapolation de la complaisance par un modèle parabolique à  $t = \infty$  permet de quantifier une éventuelle présence de déformations permanentes. L'analyse de la recouvrance a donc fait l'objet d'une approche identique à celle mise en oeuvre dans l'analyse du fluage. La mise en place d'un modèle parabolique est donnée en figure I.77 pour deux échantillons.

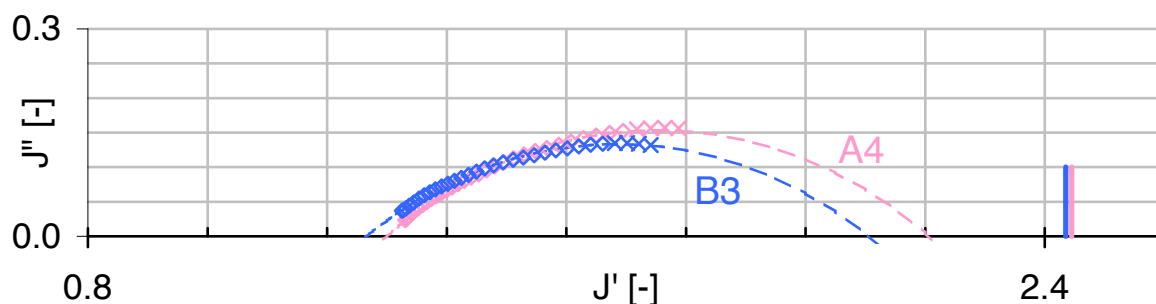


FIGURE I.77 – Résultats quantifiés de l'évolution de la complaisance relative dans le plan complexe ( $\diamond$  pour  $t < \log t = 6,58$  s et  $\times$  pour  $t > \log t = 6,58$  s) avec l'extrapolation par un modèle parabolique (---) pour les échantillons A4 et B3.

L'ajustement du modèle ne prend en compte que les données mesurées avant le phénomène perturbant l'expérimentation. Les valeurs limites de complaisance sont mesurées à la fin du fluage à environ 2,44 pour les deux échantillons. La différence entre la complaisance relative déterminée à la fin de la période de fluage mécanosorptif et celle déterminée lors de la recouvrance à  $t = \infty$  à une teneur en eau élevée est donnée pour les échantillons sélectionnés dans le tableau I.12. Une faible complaisance relative lors de la recouvrance de l'échantillon B1 est observée et crée une forte différence non représentative des phénomènes physiques étudiés.

	<b>A2</b>	<b>A4</b>	<b>B1</b>	<b>B3</b>
$J^{parabolic}(t = \infty, w \simeq 26\%)$	2,10	2,21	1,80	2,11
$J^{creep}(\log(t) = 6,72$ s, $w \simeq 26\%)$	2,35	2,45	2,34	2,44
Différence non recouvrée	0,25	0,2	0,54	0,33

TABLE I.12 – Détermination de la complaisance relative lors de la recouvrance à  $t = \infty$  par le modèle parabolique ajusté sur les données interpolées jusqu'à  $\log t = 6,58$  s et des valeurs de complaisance relative atteintes lors de la phase de fluage mécanosorptif

La différence mise en évidence ici montre que la recouvrance des échantillons est partielle. La réalisation des cycles mécanosorptifs durant le fluage peut avoir induit des phénomènes plastiques à l'origine de ces irréversibilités.

La comparaison du comportement lors du fluage et lors de la recouvrance montre une complaisance initiale équivalente (aux imprécisions près induites lors du chargement), puis une complaisance plus faible en recouvrance qu'en fluage. Cette différence est représentée pour l'échantillon B3 en figure I.78.

Cette diminution de complaisance est caractéristique de l'apparition d'un comportement plastique. Cependant, il n'est pas permis à partir de ces résultats de dissocier les effets viscoélastiques et mécanosorptifs. La limite de linéarité du comportement viscoélastique est plus élevée que celle du comportement mécanosorptif. Il est donc possible, bien qu'ayant chargé dans le domaine élastique, que cette limite de linéarité mécanosorptive ait été dépassée au cours des cycles de sorption.

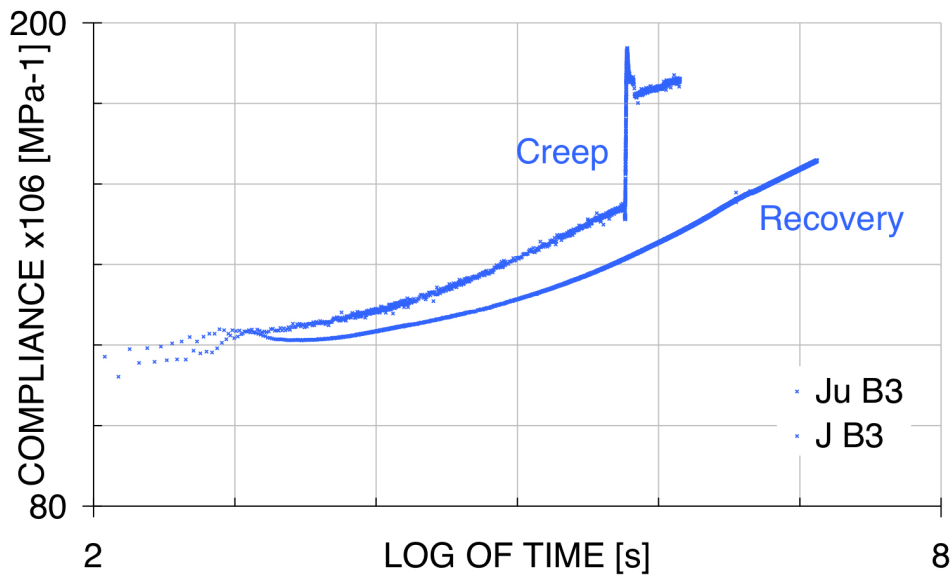


FIGURE I.78 – Evolution de la complaisance pour l'échantillon B3 lors du fluage et de la recouvrance

## I.9 Perspectives

Le travail mis en oeuvre au cours de cette partie a permis d'améliorer la description de l'influence du temps et de la teneur en eau sur le comportement viscoélastique.

La suite de ce travail passe par la validation du concept d'équivalence temps-humidité initié par Hunt (1997) validé ici pour deux valeurs de teneur en eau très différentes ( $w \simeq 7\%$  et  $w \simeq 26\%$ ). La validité de ce concept sur un domaine plus étendu permettrait de quantifier la cinétique de fluage à différentes teneurs en eau à partir d'un seul essai de fluage à environnement constant. La détermination de la cinétique de fluage a pu être complétée à long terme par l'usage de modèles paraboliques et comparée à une extrapolation affine du fluage. Les résultats obtenus n'ont pas mis directement en défaut la norme de conception Eurocode 5 et ses facteurs correctifs pour le comportement à long terme.

L'interaction entre le comportement mécanosorptif et la réponse viscoélastique a été étudiée permettant une meilleure compréhension des phénomènes en jeu, particulièrement lors de la première adsorption sous chargement. L'incrément de complaisance apporté à la réponse viscoélastique a pu être quantifié durant le fluage mécanosorptif et comparé à la réponse en recouvrance. Cette comparaison a mis en évidence des déformations permanentes.

Dans cette approche phénoménologique à l'échelle macroscopique, plusieurs perspectives au travail décrit dans ce document sont à envisager.

La quantification de l'apport de complaisance induit par la mécanosorption nécessite la description des limites de linéarité viscoélastiques et mécanosorptives. Pour cela l'étude des phénomènes de diffusion est une étape préliminaire importante menant à une description plus réaliste de la teneur en eau dans les phases transitoires lors de changement

hygrothermiques que celle mise en oeuvre de façon analytique dans ce travail. La mesure de masse en continu dans l'environnement régulé serait nécessaire et pourrait être couplée à la commande de consigne de l'enceinte pour un pilotage directement en teneur en eau des échantillons. La description de ces phénomènes peut passer par l'usage voire l'adaptation du code de diffusion TransPore mis en place par P.Perré (Nancy - France) de façon intégrée pour effectuer ce pilotage directement selon la teneur en eau des échantillons.

L'analyse d'effets d'origine thermique est une perspective expérimentalement difficile car elle nécessite une détermination longue d'isothermes de sorption à différentes températures ainsi qu'à une bonne calibration des enceintes climatiques.

De façon plus pragmatique, un interfaçage du matériel utilisé (ponts d'acquisition des déformations et enceintes climatiques) adapté à ce type d'expérimentation n'apporterait pas de concrètes avancées scientifiques mais serait un gain de temps et de confort indéniable pour l'expérimentateur.

À ces perspectives phénoménologiques macroscopiques peuvent s'ajouter des perspectives plus fondamentales sur les déterminants structuraux du comportement viscoélastique et mécanosorptif. La réalisation d'un échantillonnage, par exemple à module spécifique ou angle des microfibrilles variés en s'appuyant sur les travaux de Matar (2003), ainsi que la mise à profit des résultats des échantillons non sélectionnés dans l'expérimentation détaillée dans ce document peuvent amener à analyser les paramètres principaux influençant le comportement mécanosorptif. L'hypothèse d'un gradient de déformation induit par la cinétique de sorption au sein de l'échantillon (Habeger *et al.*, 2001). Des techniques d'investigation aux échelles micrométriques ou nanométriques peuvent aussi amener à déterminer l'origine de ces comportements instantanés et différés, confrontant ainsi différentes hypothèses émises à des mesures physiques. Cette démarche fait l'objet du chapitre suivant.



# Localisation des mécanismes de déformation du bois

---

Afin d'analyser le rôle des différents constituants du bois dans le comportement macroscopique, l'utilisation de techniques expérimentales *in-situ* et non-destructives est nécessaire. De part sa forte rigidité, la cellulose a un rôle déterminant dans le comportement mécanique du bois. Les recherches scientifiques se sont ainsi beaucoup focalisées sur son étude, utilisant notamment les expérimentations en diffraction de rayons X rendues possibles par son haut degré de cristallinité. Ce chapitre présente l'outil de diffraction rayons X appliqué au matériau bois. La méthodologie mise au point permet d'analyser les déformations de la cellulose comparées à la déformation macroscopique d'un échantillon de bois.



## II.1 Déterminants microstructuraux du comportement rhéologique du bois

L'organisation particulière des constituants polymériques du matériau a une influence déterminante dans les propriétés mécaniques macroscopiques du bois. Le comportement des fibres au sein de l'organisation cellulaire et les interactions avec les autres tissus sont majoritairement à l'origine du comportement mécanique (résistance à un chargement, déformations, plasticité...) et hygrothermique (processus de retrait et gonflements, influence de la teneur en eau, dilatation thermique ...). A l'échelle des fibres, la paroi est organisée en couches concentriques autour du lumen. La couche  $S_2$  est de loin la plus présente avec de 50 à 80% en masse dans la paroi cellulaire et jusqu'à 80% de son volume (fig. II.1). L'organisation des nanofibres au sein des microfibrilles de cette couche ainsi que leurs interactions avec les autres constituants restent une question ouverte dans le domaine de la micro-caractérisation mécanique du bois.

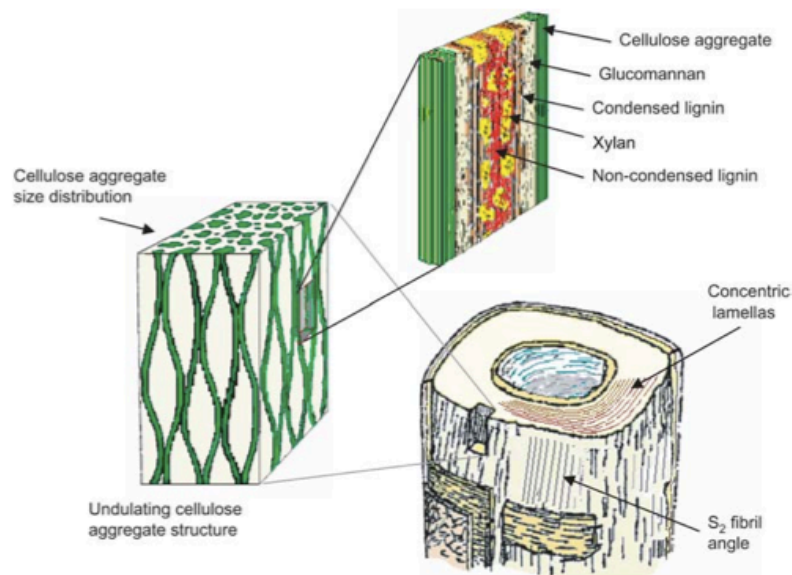


FIGURE II.1 – Représentation schématique de la paroi cellulaire présentant l'angle des microfibrilles, la structuration des microfibrilles de cellulose dans la matrice ainsi que les pontages entre microfibrilles (Salmén et Burgert, 2009)

Au cours des dernières décennies l'essor des techniques d'investigation aux échelles microscopiques (microscope électronique à transmission, microscope à force atomique, spectroscopie infrarouge par transformée de Fourier, diffraction des rayons X...) a apporté des éléments de compréhension majeurs à cette échelle pariétale. L'augmentation de l'angle des microfibrilles est directement liée à une diminution du module d'élasticité longitudinal (Cave, 1968) (fig. II.2).



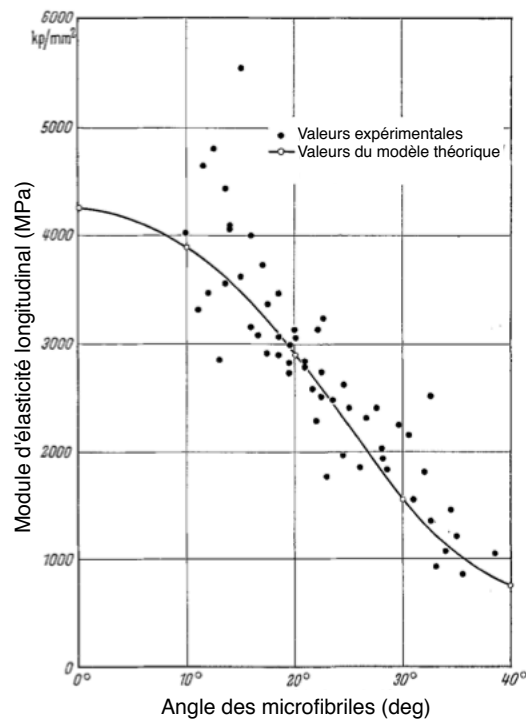


FIGURE II.2 – Evolution du module d'élasticité longitudinal selon l'angle des microfibrilles de cellulose (Cave, 1968)

Cependant lors de sollicitations transverses ou en présence de phénomènes de cisaillement, on peut suspecter un rôle important de la lignine et des hémicelluloses, englobant les microfibrilles, notamment pour le comportement différé. Ceci reste cependant peu démontré.

La description à l'échelle microscopique du comportement viscoélastique est peu détaillée dans la littérature. Salmén et Burgert en font le constat en 2009 et l'annonce comme un domaine dépourvu de connaissances. Les travaux existants mettent en évidence le rôle des composés amorphes et les identifient comme responsables du comportement viscoélastique. On peut citer les essais de fluage d'échantillons de bois délignifiés de Nakajima *et al.* (2009), ou les travaux de Fioravanti *et al.* (2006) et Navi et Stanzl-Tschegg (2009) sur le rôle des hémicelluloses.

Lors de changement de teneur en eau, plusieurs travaux ont émis des hypothèses sur les déterminants microscopiques du comportement mécanosorptif. Mukudai et Yata tentent d'expliquer les effets mécanosorptifs comme étant liés aux caractéristiques microstructurales de la paroi cellulaire, plus précisément à la rupture instantanée de l'interface (décollement) entre les couches  $LM + P + S_1$  et  $S_2 + S_3$  de la paroi secondaire (fig. II.3) (1986, 1987, 1988).

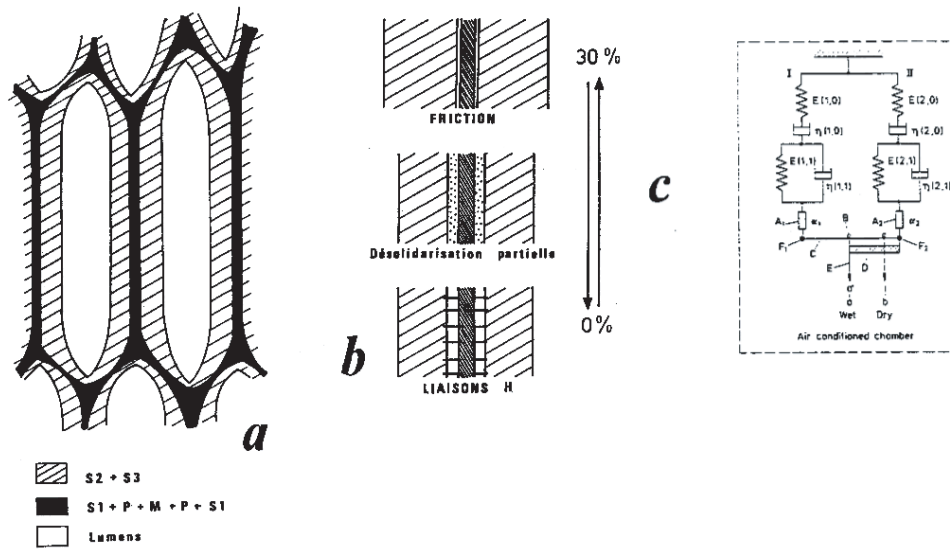


FIGURE II.3 – Mécanismes et modèle du Mukudai et Yata (Gril, 1988)  
 (a) Image de la microstructure, (b) Mécanisme de décollement, (c) modèle de Mukudai et Yata.

Lors de changements de teneur en eau ce décollement provisoire serait à l'origine de gradients de déformations au sein de la paroi. Bien que cette hypothèse semble confirmée par des observations au microscope électronique à balayage rien n'indique que cet effet soit à l'origine de l'effet mécanosorptif.

En 1982, Boyd met en évidence l'arrangement sous forme d'un treillis lenticulaire des microfibrilles au sein de la couche S<sub>2</sub> (fig. II.4).

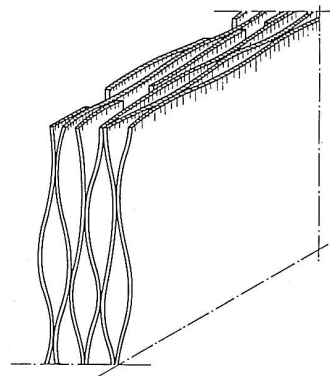


FIGURE II.4 – Modèle d'arrangement des microfibrilles au sein de la matrice hemicellulosique amorphe dans la couche S<sub>2</sub> (Boyd, 1982)

Dans ce treillis, les microfibrilles de cellulose sont liées à des intervalles variés au sein de la matrice. L'application d'un chargement mécanique dans l'axe de ce treillis influence l'excentricité du réseau (fig. II.5a). Un changement hygroscopique influence les dimensions de la matrice (fig. II.5b).

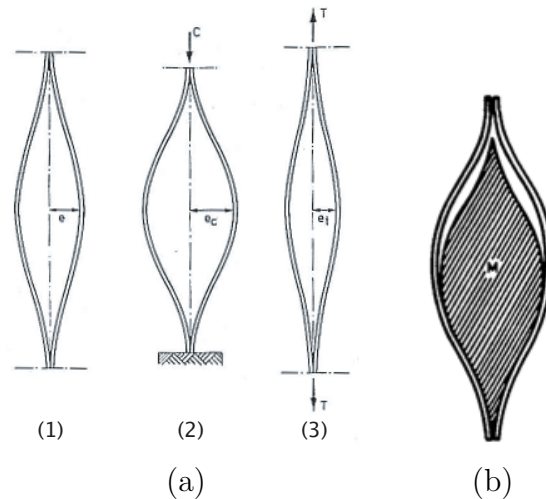


FIGURE II.5 – (a) Effet de l'application d'un chargement mécanique de compression (2) ou de traction (3) par rapport à un état normal (1). (b) Effet d'un séchage sur la matrice

Les expérimentations par Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (FTIR) de Salmén et Bergström (2009) montrent que la cellulose est l'élément principal de support des efforts appliqués dans la direction longitudinale. Lors de changement de teneur en eau, la structure de la cellulose dans la microfibrille doit être prise en compte avec une présence de zones amorphes dans la direction de la microfibrille (fig. II.6a) et entre microfibrilles (fig. II.6b).

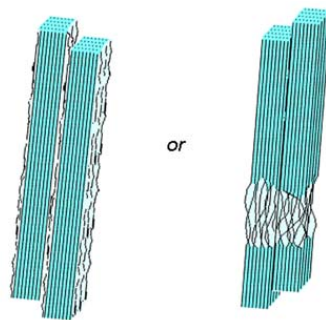


FIGURE II.6 – Illustrations des zones amorphes entre microfibrilles (arrangement en parallèle) (a) et à l'intérieur des microfibrilles (arrangement en série) (b) (d'après Salmén et Bergström (2009)).

Les microfibrilles de cellulose sont principalement cristallines et donc rigides. La rigidité de la cellulose cristalline au sein des nanofibres est d'environ 130 GPa (Nishino *et al.*, 1995) alors que elle se situe autour de 5 GPa pour la lignine et 8 GPa pour les hémicelluloses (Cousins, 1978, 1976). La rigidité des microfibrilles *in-situ* reste à ce jour inconnue.

Le rôle de la cellulose dans les propriétés mécaniques est un thème connu en sciences du bois. Le besoin de caractériser le rôle de ce constituant *in-situ* s'accompagne d'un accroissement des possibilités expérimentales nécessaires à son étude. La méthode de

diffraction des rayons X est un de ces outils. Elle a été utilisée durant ce travail et est au coeur de cette seconde partie de ce document.

## II.2 De l'usage de la diffraction de rayons X pour l'étude du bois

La contribution de la cellulose dans le comportement mécanique du bois est primordiale. Son organisation et son comportement dans la paroi  $S_2$  sont des éléments clés de la compréhension des performances mécaniques du matériau à l'échelle macroscopique.

La diffraction des rayons X (DRX) est une méthode d'analyse physico-chimique couramment utilisée en physique des matériaux pour les informations sur la matière cristalline *in-situ* qu'elle permet d'obtenir. L'usage croissant de cette méthode dans la science du bois est principalement dû à la facilité de mesure non destructive d'angle des microfibrilles qu'elle permet, bien que beaucoup de perspectives y soient permises. C'est une méthode qui peut s'effectuer avec les diffractomètres de laboratoire mais aussi avec les outils calibrés spécifiquement dédiés au bois (Sylviscan<sup>TM</sup>). Enfin, les grands équipements scientifiques (comme les synchrotrons) permettent des utilisations très spécifiques (faisceau de diamètre micrométrique, mesures rapides en dynamique, ...).

### II.2.1 Principe physique

Le principe physique de la diffraction de rayons X est ici brièvement rappelé. Plus d'informations à propos des propriétés des rayons X et de leurs interactions avec la matière sont entre autres apportées par Baettig (2005).

#### II.2.1.1 Organisation de la matière

L'organisation atomique de la matière se distingue sous quatre formes (II.7).

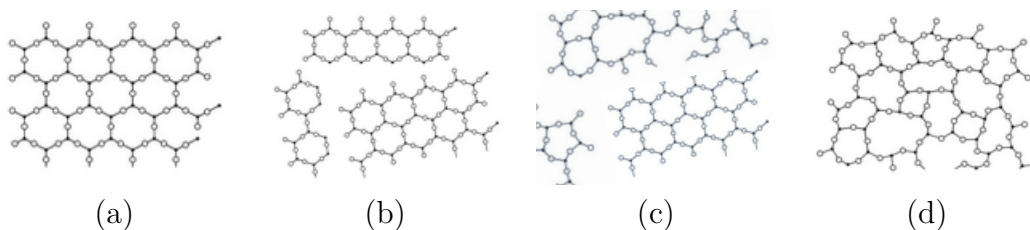


FIGURE II.7 – Illustration bidimensionnelle de l'organisation atomique de la matière (mono-cristalline (a), poly-cristalline (b), semi-cristalline (c), amorphe (d))

#### Matière mono-cristalline

Une organisation monocristalline est constituée de la répétition périodique (appelé *réseau de Bravais*) d'un motif atomique (appelé *maille*) (fig. II.7a). Le réseau de Bravais représente la distribution régulière de ces motifs dans l'espace. Une maille est donc une zone de l'espace qui permet de générer le motif à l'aide des translations par un vecteur du réseau de Bravais du cristal. Les indices de Miller sont une façon de désigner les directions (notées  $[i, j, k]$ ) et les plans (notés  $(l, m, n)$ ) dans une maille (fig. II.8).

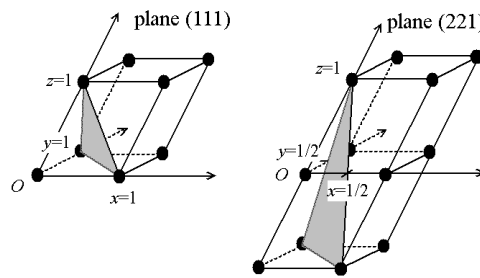


FIGURE II.8 – Illustration des plans indiqués par leur indice de Miller

### Matière poly-cristalline

Un matériau polycristallin est constitué de plusieurs réseaux cristallins d'orientations différentes (fig. II.7b). La majorité des métaux et des céramiques sont des matériaux polycristallins.

### Matière semi-cristalline

Un matériau semi-cristallin possède des zones cristallines et des zones amorphes. Le taux de cristallinité mesure la proportion de matière cristalline (fig. II.7c).

### Matière amorphe

Un composé amorphe est un composé dans lequel les atomes ne respectent aucun ordre. Les verres, les élastomères et les liquides sont des exemples de composés amorphes (fig. II.7d).

#### II.2.1.2 Principe de diffraction

Les rayons X, comme toutes les ondes électromagnétiques, provoquent un déplacement du nuage électronique par rapport au noyau dans les atomes. Ces oscillations induites provoquent une réémission d'ondes électromagnétiques de même fréquence, phénomène appelé diffusion de Rayleigh (fig. II.9).

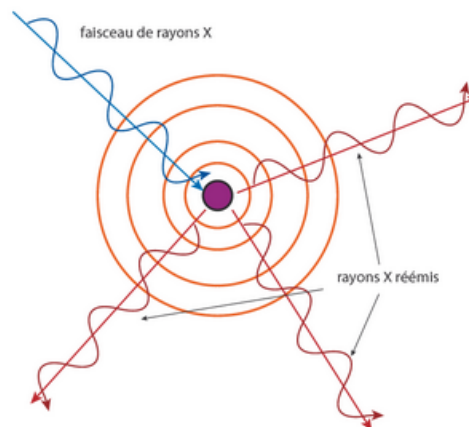


FIGURE II.9 – Illustration du principe de diffusion de Rayleigh sur un atome

Du fait de l'organisation régulière d'un cristal, dans certains endroits de l'espace, les ondes réémises s'annulent (interférences destructives), et dans d'autres, les ondes s'additionnent (interférences constructives) (fig.II.10).

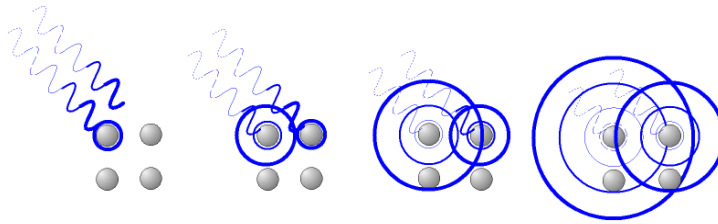


FIGURE II.10 – Illustration du principe de diffusion de Rayleigh dans un arrangement atomique

En un point de l'espace, les ondes électromagnétiques proviennent de tous ces atomes et subissent encore un déphasage dû à la différence de chemin optique (fig. II.11). Si

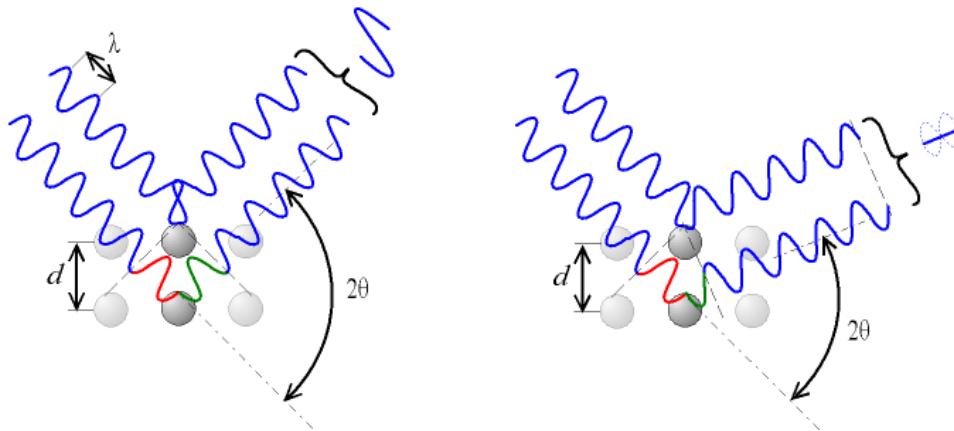


FIGURE II.11 – Illustration du type d'interférences constructives (gauche) ou destructives (droite) selon l'angle de déviation  $2\theta$

$\lambda$  est la longueur d'onde de la radiation et  $d$  est la distance interréticulaire du plan cristallin diffractant, alors les directions  $2\theta$  de l'espace dans lesquelles on aura des ondes constructives (le 0 pour  $2\theta$  étant la direction du faisceau incident) vérifient la relation de Bragg :

$$n\lambda = 2d \sin(\theta) \quad (\text{II.1})$$

avec  $d$  la distance interréticulaire, c'est-à-dire la distance entre deux plans cristallographiques,  $\theta$  l'angle de Bragg, c'est à dire le demi-angle de déviation (moitié de l'angle entre le faisceau incident et la direction du détecteur),  $n$  l'ordre de diffraction (nombre entier), et  $\lambda$  la longueur d'onde du faisceau de rayons X.

Grâce à cette relation, il est possible de quantifier la distance de maille  $d$  en mesurant l'angle de diffraction  $\theta$ . La mesure réalisée est une mesure moyenne sur la taille du faisceau de rayons X (de l'ordre de quelques centaines de micromètres pour des diffractomètres de laboratoire à moins d'un micromètre pour des Synchrotrons).

## II.2.2 Applications au matériau bois

L'abondance de la cellulose dans la constitution de la paroi ainsi que son organisation semi-cristalline dans les microfibrilles apporte à la méthode de diffraction des perspectives majeures dans la description de son comportement et de ses interactions avec les autres constituants.

### II.2.2.1 Grandeurs établies par diffraction des rayons X

La cellulose présente notamment deux plans de forte intensité de diffraction. La figure II.12 illustre les plans (004) dirigés dans la direction de la microfibrille ainsi que les plans (200) perpendiculaires à la microfibrille.

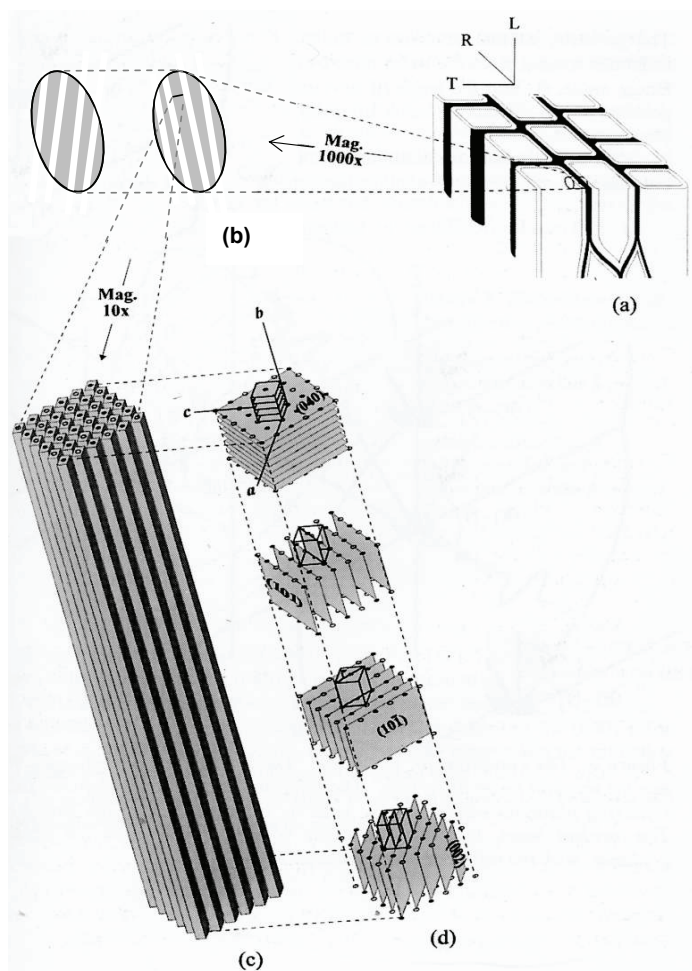


FIGURE II.12 – Structure de la cellulose au sein des parois cellulaires du bois : (a) trachéides de Gymnospermes, considéré en DRX comme la superposition de deux éléments de paroi plans dont l'angle moyen des microfibrilles est opposé (b). On considère que la microfibrille de cellulose des végétaux supérieurs est constituée de 36 chaînes élémentaires (c), de dimension transverse relativement faible ( $6,5 \times 7,6$  nm) mais d'une longueur 10000 à 100000 fois supérieure. L'unité structurale de base de la microfibrille est exposée ici (d) avec ses axes de référence a, b, c ainsi que les 4 plans atomiques qui produisent des pics de diffraction qui participent à la caractérisation de la structure de la cellulose (Ruelle, 2006)

Par diffraction de rayons X, il est donc possible de mesurer de façon absolue la distance de maille suivant des orientations déterminées ainsi que des déformations du réseau cristallin. Mais il est aussi permis de quantifier des paramètres microstructuraux à partir de mesure relative des angles de diffraction.



### II.2.2.2 Analyses du matériau bois par diffraction des rayons X

Avec des mesures relatives des positions des pics de diffractions entre eux sur le diffractogramme, la méthode de diffraction des rayons X permet de mesurer des paramètres microstructuraux comme le taux de cristallinité ou encore l'angle des microfibrilles. Les travaux de Cave (1966) et Yamamoto *et al.* (1993) établissent une méthode de détermination de l'angle des microfibrilles à partir des pics de diffraction des plans (200).

La mesure absolue de la position des pics de diffraction informe de l'état mécanique à l'échelle nanoscopique des arrangements moléculaires soumis à des sollicitations. Dans cette approche, un travail précurseur a été réalisé par Suzuki (1968). Il réalise des essais de traction instantané dans un appareillage de diffraction où, à chaque niveau de contrainte, est mesuré la déformation macroscopique ainsi que la déformation du cristal. Ces résultats permettent de quantifier le ratio entre la déformation macroscopique et « nanoscopique » (fig. II.13).

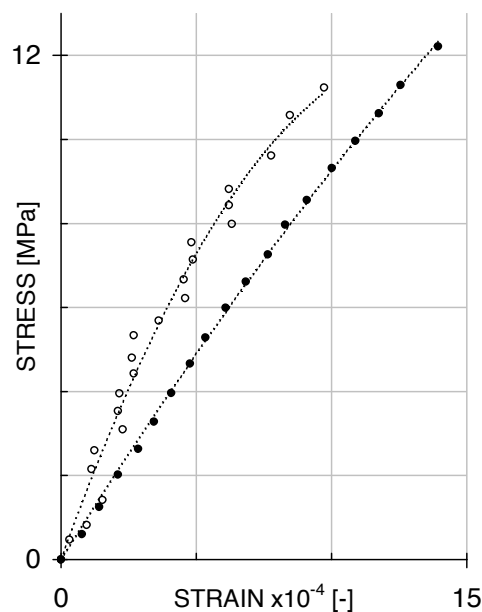


FIGURE II.13 – Mesure de la déformation macroscopique (●) et nanoscopique des plans (004) (○) (axe X) selon le niveau de contrainte longitudinale appliquée (axe Y) (d'après Suzuki (1968)).

Pour chaque niveau de contrainte, le ratio de déformation entre la cellulose à l'échelle nanoscopique et la déformation macroscopique appliquée est établi à environ  $\varepsilon_{nano}/\varepsilon_{macro} \simeq 70\%$ . Cependant aucune explication sur l'origine de la différence observée entre les déformations mesurées à ces deux échelles n'est fournie. La complexité des mécanismes mis en jeu et la variabilité intrinsèque au bois rendent difficile l'analyse et la compréhension des ces phénomènes. Cependant, la localisation des mécanismes de déformation de la cellulose peut fournir une réponse pour décrire le comportement à l'échelle macroscopique du matériau.

Ce travail fut poursuivi par les travaux de Nakai *et al.* (2006) en traction et compression d'échantillons de traction établissant un ratio de déformation semblable ( $\simeq 80\%$ ). Abe et Yamamoto (2005) réalisent des travaux similaires pour établir les coefficients de Poisson

des microfibrilles et met en avant l'influence de la teneur en eau des échantillons sur le signal de diffraction dans les travaux de Sobue *et al.* (1992). Peura *et al.* (2007, 2008) mettent en lumière une démarche rigoureuse d'analyse combinant l'analyse des pics associés aux plans (200) et aux plans (004).

Bien que la contribution de la cellulose dans la déformation élastiques soit assez bien documentée, sa contribution dans le comportement différé reste à déterminer. De plus l'hypothèse de linéarité du comportement en traction et compression à ces échelles de description fait appel à des phénomènes complexes et différents. Au cours de ce travail, cette hypothèse est discutée.

## II.2.3 Principe de mesure pour l'étude du matériau bois

### II.2.3.1 Configuration technique

La détermination de la structure cristalline est réalisée sur un diffractomètre de monocristal dans lequel l'échantillon est positionné dans un goniomètre. Le schéma présenté en figure II.14 permet d'illustrer la configuration des dispositifs de diffraction des rayons X.

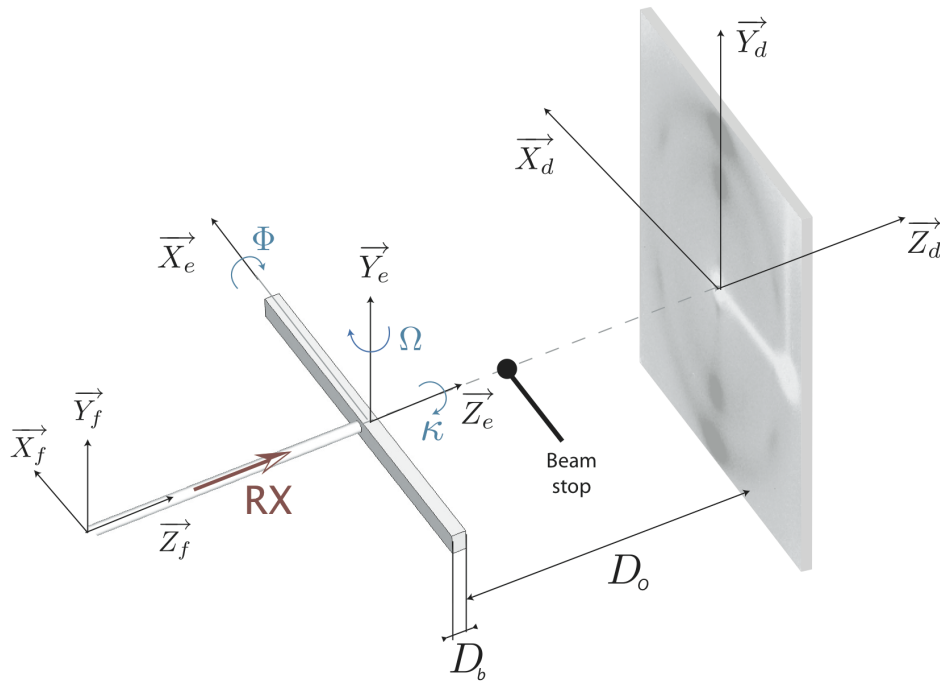


FIGURE II.14 – Illustration en perspective du principe de mesure en positionnement normal entre le faisceau, l'échantillon et le détecteur

Le faisceau de rayons X est incident et normal à la surface de l'échantillon. Le goniomètre positionne l'échantillon par rapport au faisceau via 3 angles  $\Omega = (\vec{X}_F, \vec{X}_E)/\vec{Y}_E$ ,  $\Phi = (\vec{Y}_F, \vec{Y}_E)/\vec{X}_E$ , et  $\kappa = (\vec{X}_F, \vec{X}_E)/\vec{Z}_E$ .

La part du faisceau de rayons X non diffractée sortant de l'échantillon est arrêtée par le buttoir de rayons (beam-stop) (placé sur l'axe du faisceau  $\vec{Z}_f$ ). La part diffractée atteint le détecteur placé à une distance  $D$  de l'échantillon. La présence d'un pic de diffraction

a lieu à une position  $H$  sur le détecteur. Une vision en coupe de la configuration est donnée dans la figure II.15.

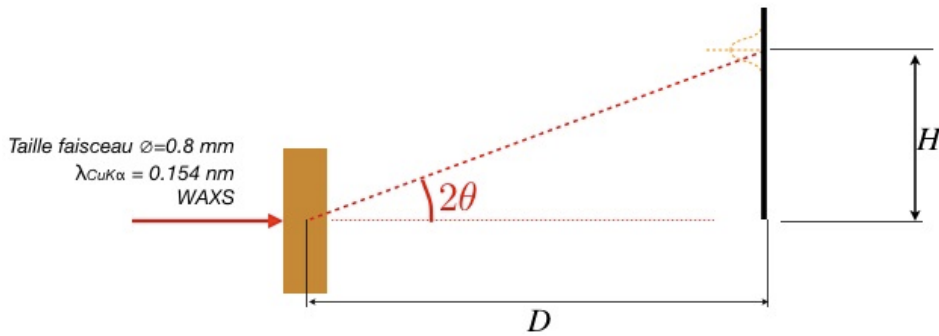


FIGURE II.15 – Illustration bidimensionnelle (plan  $(Y,Z)$ ) du principe de mesure en positionnement normal entre le faisceau, l'échantillon et le détecteur.

Dans cette configuration, le pic de diffraction à une position angulaire  $2\theta$  est relié à la distance entre l'échantillon et le détecteur par l'équation géométrique II.2 :

$$\tan(2\theta) = \frac{H}{D} \quad (\text{II.2})$$

où  $H$  est la position du pic sur le diffractogramme par rapport au centre et  $D$  la distance entre l'échantillon et le détecteur.

Il apparaît ici quelques précautions expérimentales. Le buttoir de rayon doit être positionné sur l'axe  $\vec{Z}_f$  mais surtout l'axe du faisceau doit être exactement au centre du détecteur pour réaliser l'analyse des diffractogrammes. Cette étape passe par une calibration préalable de la machine avec un cristal de référence.

### II.2.3.2 Analyse des diffractogrammes

La détermination de la distance  $H$  nécessite la compréhension d'un diffractogramme de la cellulose dans le cas du bois. Un exemple est donné en figure II.16. Le pic de diffraction associé à la distance de maille entre les plans (200) est nettement plus marqué que pour les autres plans.

Pour déterminer la position des pics de diffractions dans le diffractogramme, l'intégration de ces données est nécessaire. Dans cette vue en coupe plane du cône de diffraction, deux types sont possibles pour des données circulaires.

- L'intégration azimutale fournit le profil d'intensité à une position radiale déterminée selon l'angle azimutal  $\alpha$ .
- L'intégration radiale fournit le profil d'intensité angulaire moyen selon la position radiale de diffraction  $\theta$ .

La distance de maille théorique de la cellulose dans la direction [200] est  $d_{200} = 0.395\text{ nm}$  et  $d_{004} = 0.258\text{ nm}$  suivant [004]. L'orientation [004] est dirigée dans l'axe de la fibre.

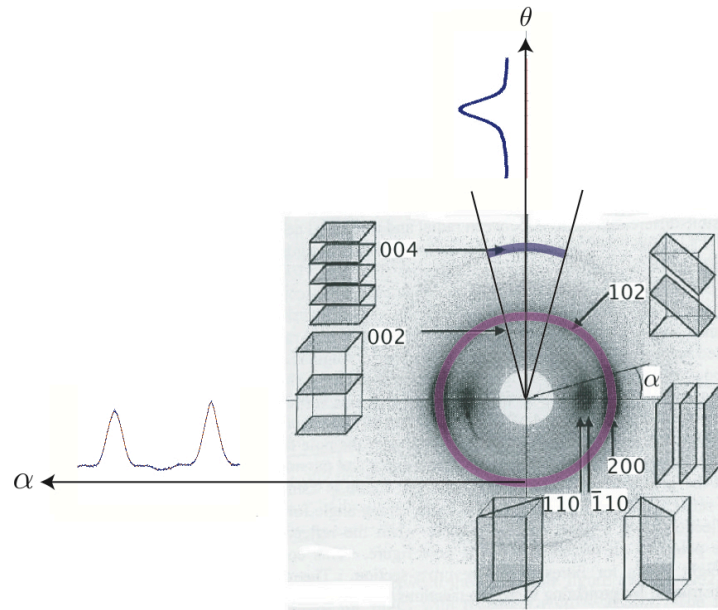


FIGURE II.16 – Exemple d'un diffractogramme obtenu à partir d'un échantillon de bois et représentations des différents plans cristallins de la cellulose ( $\alpha$  est l'angle azimutal) ainsi que des types d'intégrations possibles (rose : azimutal, bleu : radial)

## II.3 Mises au point et optimisations expérimentales liées à l'étude du matériau bois

Afin d'analyser la contribution de la cellulose dans le comportement mécanique du bois, des essais de flexion 4 points ont été mis en place dans un diffractomètre. Les essais de diffraction ont été réalisés à l'Institut Européen des Membranes (IEM - UMR5635 CNRS-ENSCM-UM2) sur un diffractomètre Oxford Diffraction Gemini S (fig. II.17) avec l'aide de Arie Van Der Lee, responsable du service d'analyse rayons X de l'IEM.



FIGURE II.17 – Vue complète du système de diffraction (a) et de son goniomètre (b)

Avant le début de ces travaux, la collaboration entre Bruno Clair (Laboratoire de Mécanique et Génie Civil) et Arie Van Der Lee (Institut Européen des Membranes) avait

préalablement permis de mettre en place un protocole pour mesurer l'angle des microfibrilles. La détermination de la distance de maille de la cellulose *in-situ* au matériau bois a nécessité plusieurs précautions et améliorations dans les conditions expérimentales.

### II.3.1 Méthodologie

Dans ce paragraphe, nous allons nous intéresser à la détermination des paramètres expérimentaux et à la sensibilité de la mesure à ces paramètres.

#### *Réglages des dispositifs*

Les expérimentations ont été réalisées avec un rayonnement utilisant la raie  $K_\alpha$  du cuivre avec pour longueur d'onde  $\lambda_{CuK_\alpha} = 0.154$  nm dans une configuration Wide Angle X-ray Scattering (WAXS). Le dispositif utilisé est doté d'une seconde source à partir de la raie  $K_\alpha$  du molybdène ( $\lambda_{MoK_\alpha} = 0.070926$  nm) non utilisée à cause du positionnement du beam stop dans les pics de diffraction étudiés. Dans ces conditions, l'angle du pic de diffraction dans la direction  $[004]$  est  $\theta_{004} = 17.365$  deg.

Une intensité de 30 mA et une tension de 50 kV ont principalement été utilisées dans cette étude soit une puissance de 1,5 kW. Pour obtenir un signal d'intensité suffisant et des temps expérimentaux raisonnables, un temps d'exposition de 30 à 40 secondes a été établi.

Un compromis a dû être trouvé pour définir l'épaisseur optimale de l'échantillon. Plus l'échantillon est épais, plus il contient de matière diffractante mais plus il contient de matière amorphe atténuante. Afin d'établir l'épaisseur optimale, une étude a été préalablement établie donnant un maximum d'intensité pour une épaisseur d'environ 1,5 mm.

#### *Sensibilité*

La sensibilité des paramètres mesurés  $H$  et  $D$  doit être étudiée avec attention pour déterminer la distance de maille avec suffisamment de précision pour en établir sa déformation. Il est important d'avoir à l'esprit que, à supposer que la détermination de  $H$  soit exacte, la mesure de lattice  $d_{004}$  dans nos conditions expérimentales à une distance de  $D = 135$  mm est analogue à une lattice déformée à  $\varepsilon_{004} = 2000 \mu\varepsilon = 0.2\%$  positionnée à 134.64 mm. Dans cet exemple, une variation de la position de 360  $\mu\text{m}$  crée un déplacement du pic que l'on pourrait interpréter comme une déformation de 2000  $\mu\varepsilon$ . Dans ces conditions, la résolution du détecteur est de 249  $\mu\varepsilon/\text{pixel}$ . L'analyse du signal permet cependant une résolution inférieure au pixel, la résolution réelle est ainsi inférieure à 249  $\mu\varepsilon/\text{pixel}$ .

De façon plus générale, il est possible à partir de la loi de Bragg (eq. II.1) et de l'équation géométrique (eq. II.2) d'écrire l'erreur commise sur la mesure de  $d$  selon les précisions de mesure de  $H$  et  $D$  :

$$\frac{\delta d}{d} = \left| \frac{\sin(4\theta)}{4\tan(\theta)} \right| \left( \frac{\delta H}{H} + \frac{\delta D}{D} \right) \quad (\text{II.3})$$

On voit donc que la mesure de la déformation de la cellulose nécessite une précision très élevée dans la détermination de la distance  $D$  et de la position du pic  $H$ .

On souhaite mesurer la déformation de la cellulose cristalline. Pour cela il est nécessaire de mesurer la distance de maille  $d_{004}$  tout en gardant à l'idée de mesurer des déformations

*in fine*. Il faut donc mesurer la position H et la distance D afin de déterminer l'angle de diffraction via la relation géométrique puis la distance de maille. Les expérimentations de diffraction de rayons X nécessitent un appareillage de précision. Deux types d'expérimentations sont possibles en diffraction de rayons X. La configuration Wide Angle X-ray Scattering (WAXS) cherche à maximiser les valeurs d'angles de diffraction pour l'étude de structures sub-nanométriques. La configuration Small Angle X-ray Scattering (SAXS) est plutôt destinée à l'étude des structures de quelques nanomètres.

### II.3.1.1 Détermination de la position du pic H

Les paramètres de calibration de la machine sont effectués par le logiciel d'acquisition Oxford CrysAlis dont la difficulté de maîtrise n'a d'égal que la compréhension de son interface. De grosses étapes de difficultés ont résulté de l'incompréhension des paramètres et sont maintenant en majorité résolues.

Le diffractomètre utilisé dispose de pixels carrés pour une diagonale de 90 mm (soit 63,64 mm de coté). La résolution maximale est de 2048 pixels, soit une taille de pixel de 31  $\mu\text{m}$ . L'intégration radiale permet la détermination de l'intensité à une échelle inférieure au pixel et est dépendante du nombre de points et du domaine angulaire. Au cours de nos expérimentations, un nombre optimum de 1024 points dans un domaine angulaire variant de  $2\theta_{004}^{\text{min}} = 33 \text{ deg}$  à  $2\theta_{004}^{\text{max}} = 40 \text{ deg}$  a permis l'analyse de l'angle de diffraction théorique initial de  $2\theta_{004} = 34.729 \text{ deg}$  et sa valeur à l'état déformé.

La détermination de la distance H a nécessité une calibration affinée du diffractomètre pour centrer le domaine d'intégration sur le faisceau par l'usage d'un calibrant (matériau à la structure cristalline de référence).

Une fois le signal intégré du diffractogramme, un filtrage a été établi pour diminuer le bruit de mesure et ôter des points de mesure non cohérents. Par principe, les pics de diffractions sont des courbes lorentziennes. Autour de leur maximum, les courbes de diffractions sont approchées par un polynôme du second ordre sur un domaine radial préétabli (fig. II.18). La valeur et la position du maximum sont ensuite déterminées par ses coordonnées exactes grâce aux coefficients du polynôme.

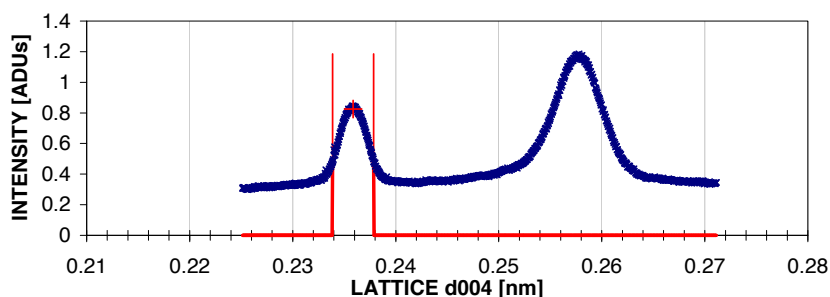


FIGURE II.18 – Exemple de profil d'intégration de l'intensité de diffraction en fonction de la distance de maille avec des pics de diffraction de la cellulose dans la direction (004) (droite) et de l'or (gauche)

### II.3.1.2 Détermination de la distance $D$

La distance entre l'échantillon et le détecteur  $D$  est obtenue en additionnant la distance  $D_0$  entre l'échantillon et la surface extérieure de l'échantillon et la distance  $D_b$  représentant la demi-épaisseur de l'échantillon ainsi que l'hétérogénéité intrinsèque du matériau.

#### *Usage de calibrants pour déterminer $D_0$*

La détermination de la distance  $D_0$  s'effectue avec l'aide de calibrants. Les calibrants ont une distance de maille connue et possèdent donc par la relation de Bragg un angle de diffraction connu. En mesurant la position du pic de diffraction  $H$ , il est possible de déterminer la distance  $D_0$  entre le calibrant et le détecteur. Ils s'emploient sous forme de poudre et induisent un ou plusieurs anneaux concentriques dans les diffractogrammes. Deux types de calibrants ont été essayés.

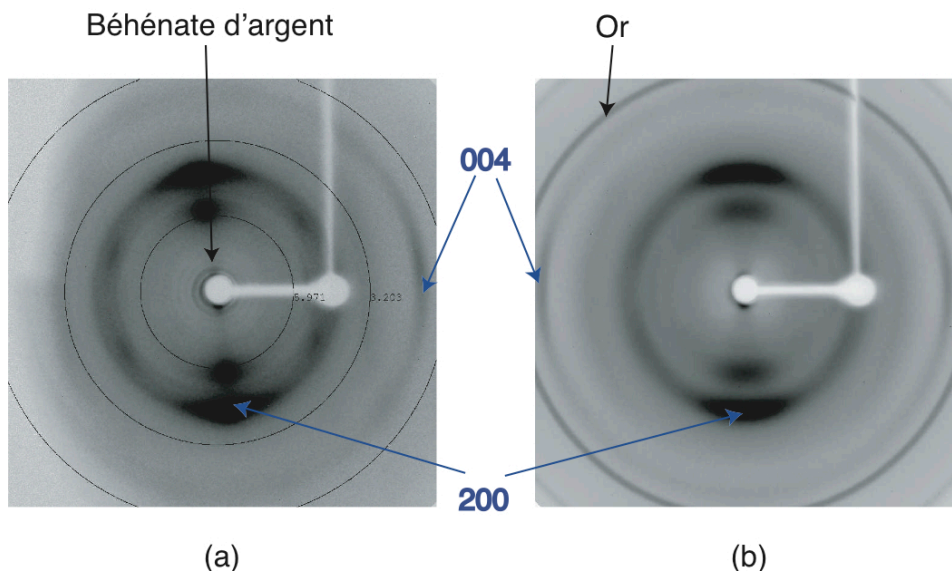


FIGURE II.19 – Exemple de diffractogrammes à partir d'échantillon de bois pour différents calibrants (a) : béhénate d'argent, (b) : or

La difficulté dans l'usage d'un calibrant fut de trouver un type de calibrant diffractant dans des domaines proches de ceux de la cellulose sans les masquer ou interférer. De plus, la nature du calibrant doit aussi permettre de se fixer à la surface de l'échantillon sans se déformer lors de la sollicitation de l'échantillon.

Le béhénate d'argent ( $C_{22}H_{43}O_2$ ) est régulièrement utilisé en diffraction. Il se présente sous forme de poudre (avec des grains de diamètre de l'ordre de 500 micromètres) dans laquelle on insère un fixateur pour réaliser l'adhésion du calibrant à la surface de l'échantillon. Il crée plusieurs cercles concentriques à des positions connues dans le diffractogramme. Cependant il n'est pas suffisamment diffracté dans le temps d'exposition déterminé et le choix du fixateur est crucial (séchage, adhésion, ...). Plusieurs essais ont été tentés sans succès.

L'or s'est avéré être un bon calibrant dans notre application. Il peut se présenter sous forme de plaque (de quelques centaines de micromètres au millimètre d'épaisseur), sous

forme de feuille (de quelques dizaines de micromètres d'épaisseur), de flocons ou de poudre sphérique (de diamètre de l'ordre du micromètre). Dans notre application il a été choisi sous forme de poudre contenant des sphères de diamètre inférieur à  $0.8\mu\text{m}$ . L'or (Au) crée un anneau centré de diffraction à une position connue suffisamment visible pour les temps d'exposition voulus. Sa distance de maille  $d_{111}^{\text{Au}} = 0.235\text{ nm}$  fait office de référence dans le diffractomètre.

### *Analyse anatomique pour déterminer $D_b$*

Une fois la position de la surface sortante de l'échantillon établie, il est nécessaire de déterminer l'épaisseur de l'échantillon et d'étudier le profil d'hétérogénéité. Des coupes anatomiques avec une épaisseur d'environ  $15\mu\text{m}$  ont été réalisées au microtome puis colorées à la safranine afin d'être visualisées et photographiées au microscope. Les lignes de faces sont déterminées manuellement créant ainsi la ligne de support et les sous-domaines d'analyse. Une procédure d'analyse automatique mise au point sur ImageJ (détaillée en annexe 1) établit l'écart de la face entrante  $E_e$  et sortante  $E_s$ , l'épaisseur moyenne  $e$  ainsi que le profil de densité (fig. II.20).

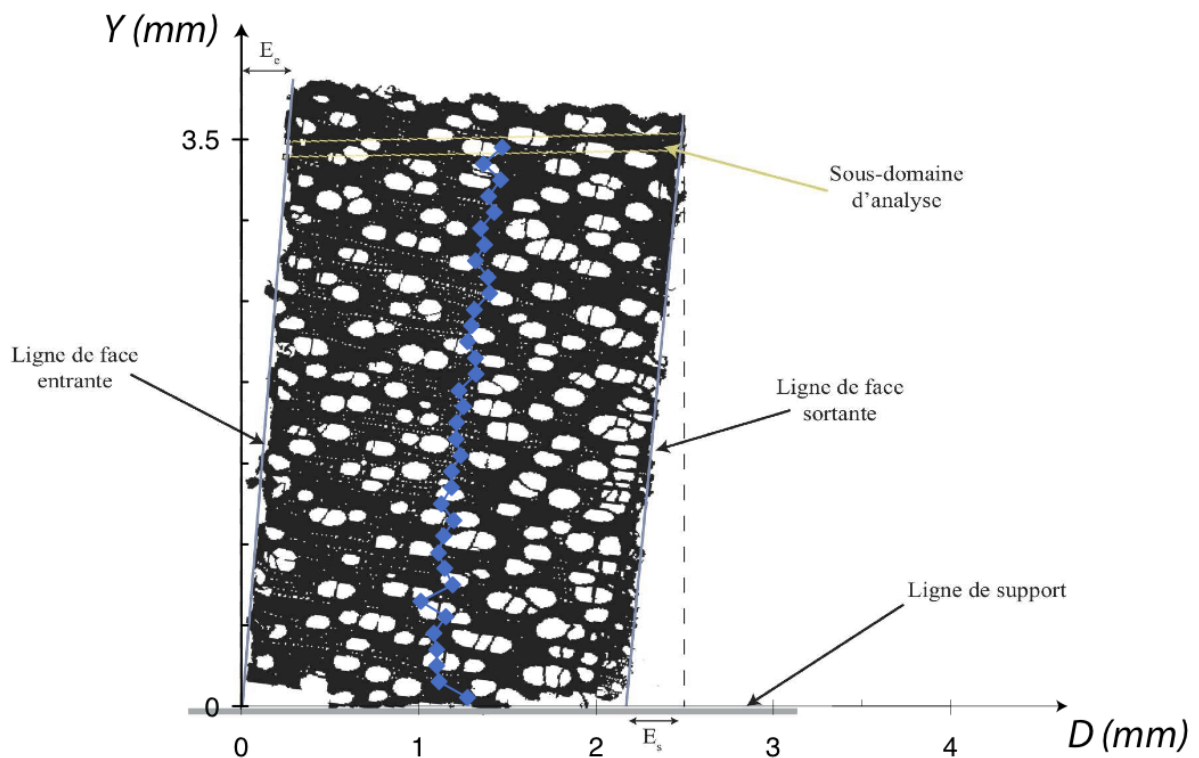


FIGURE II.20 – Analyse anatomique de la section d'un échantillon de peuplier (usiné par ponçage avec micro-ponceuse Dremel)

Dans cet exemple, l'écart de la face entrante est de  $0,29\text{ mm}$  et l'épaisseur moyenne est de  $2,216\text{ mm}$ . L'hétérogénéité y est faible car la moyenne de la densité de gris pour chaque segment de hauteur est très proche de l'épaisseur moyenne de l'échantillon.

Suite à l'analyse anatomique, le procédé d'usinage des échantillons a été revu. Le ponçage avec la micro-ponceuse a été abandonné au profit du polissage.



## II.4 Etude du champ de déformation

L'étude du champ de déformation de la cellulose en traction et en compression est réalisée au moyen d'essais de flexion 4 points et les résultats sont comparées à la déformation macroscopique. Au cours de cette partie un essai est détaillé afin d'illustrer le propos.

### II.4.1 Réalisation technique et analyse mécanique

#### II.4.1.1 Mises au point techniques

Un bâti de flexion 4 points a été mis au point (fig. II.21a). Pour répondre à nos besoins, le faisceau du diffractomètre étant fixe, le bâti est placé sur une crémaillère micrométrique permettant la translation de l'échantillon dans l'axe  $\vec{Y}_e$ . Ce déplacement est mesuré avec un comparateur micrométrique (non visible sur la fig. II.21b).

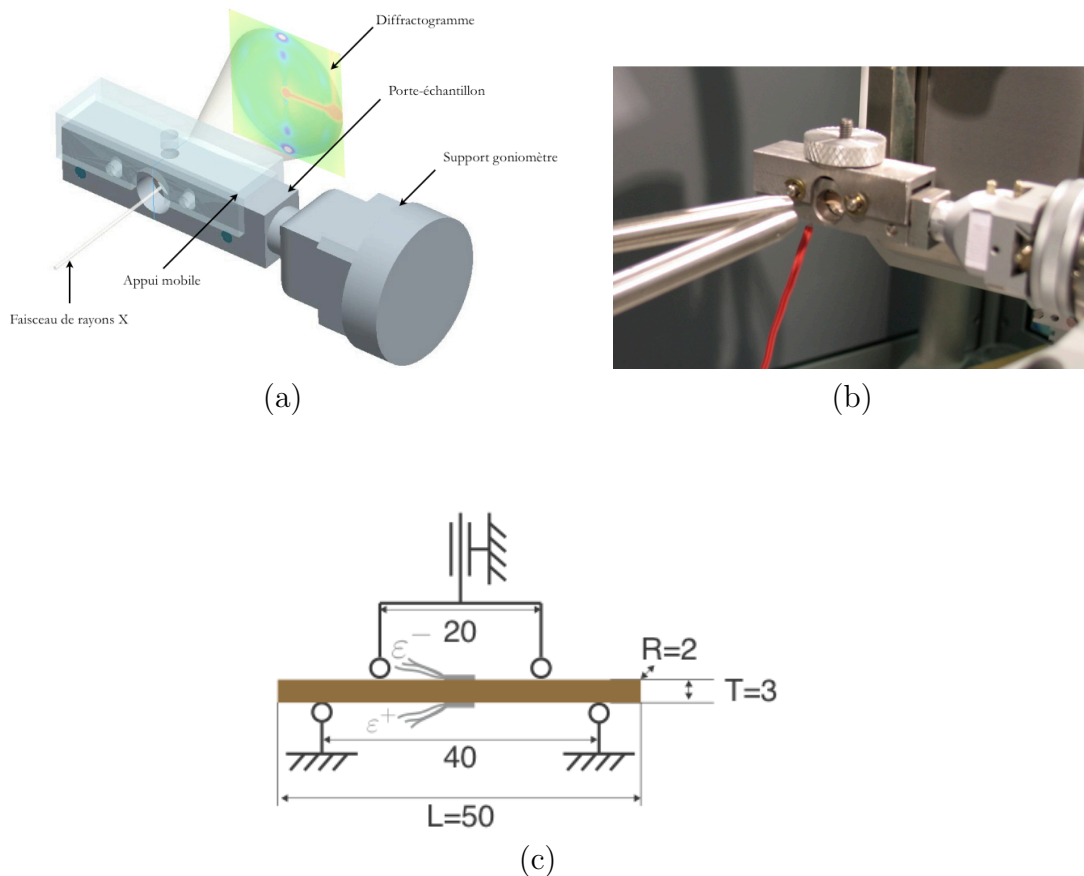


FIGURE II.21 – Illustration du bâti de flexion 4 points dans l'appareillage de diffraction de rayons X (a), photographie en situation (b) et dimensions (c).

L'épaisseur des échantillons est établie par l'usage de la diffraction de rayon X à un optimum de 1,5 mm. Cependant il est nécessaire d'avoir une hauteur de l'échantillon maximale pour obtenir un nombre de points suffisant dans le champ de déformation. La crémaillère limite cette hauteur à 3 mm. Ces contraintes expérimentales induisent la

réalisation d'un essai de flexion sur chant. Pour améliorer la qualité de l'essai réalisé, il a été nécessaire d'augmenter l'épaisseur à environ de 2 mm pour minimiser le ratio hauteur/épaisseur. La longueur des échantillons est de 50 mm. L'orientation du faisceau est dans la direction radiale pour maximiser l'intensité du signal diffracté en supposant une forme rectangulaire des cellules.

La portée extérieure des appuis fixes est de 40 mm, la portée intérieure des appuis mobiles est de 20 mm. Le bâti a été conçu avec l'idée de pouvoir réaliser au choix des essais de fluage ou de relaxation.

Les mesures par diffraction ont été établies avec un pas de  $\delta Y=0,2$  mm induisant un chevauchement des points de mesure. Ce chevauchement crée un lissage expérimental des résultats de mesure. La déformation appliquée à l'échantillon est mesurée par des jauges de déformation Kyowa (2 mm de long, 3 fils) collées sur la surface supérieure et inférieure de l'échantillon et montées en quart de pont sur un boîtier d'acquisition Vishay permettant l'enregistrement continu des données sur ordinateur.

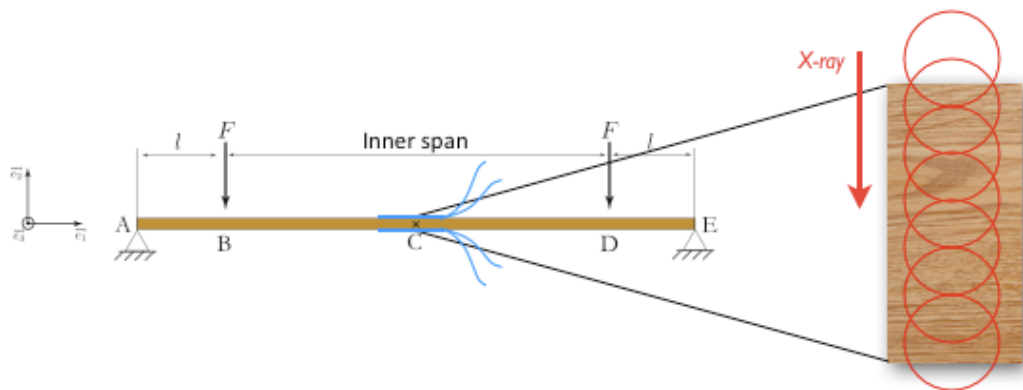


FIGURE II.22 – Illustration du principe de mesure

L'ensemble de l'appareillage mis en oeuvre lors de ces essais est illustré en figure II.23. L'environnement est mesuré avec un boîtier d'acquisition hygrothermique analogue à ceux utilisés dans les expérimentations en enceinte climatique (Onset Hobo Data Logger U12-013).

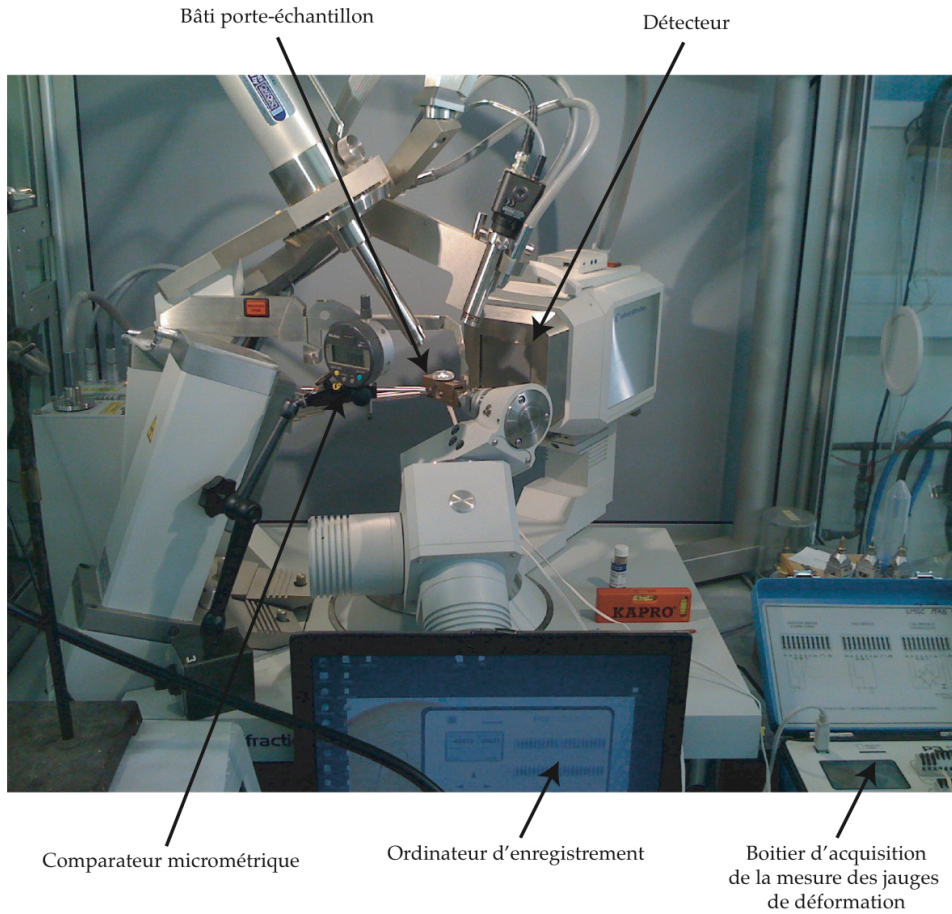


FIGURE II.23 – Photographie de l'ensemble de l'appareillage mis en oeuvre lors des expérimentations à l'IEM (le comparateur n'est pas en position de mesure dans cette photographie)

#### II.4.1.2 Détection des bords de l'échantillon

Pour positionner le faisceau de rayons X, le comparateur mesure la position du porte-échantillon dans la crémaillère. Le comparateur est initialisé avant le parcours initial (sans déformation de l'échantillon). Toutefois, le comparateur étant positionné sur les appuis fixes du bâti lors de la déformation de l'échantillon, la mesure du comparateur reste identique. Seul l'échantillon se déforme dans le porte-échantillon. Il est alors nécessaire de positionner le point de mesure réalisé sur l'échantillon afin de calculer la déformation à position identique sur l'échantillon entre l'état initial et déformé.

En bord d'échantillon, le faisceau ne traverse qu'une petite quantité de bois. Le signal diffracté est ainsi plus faible en intensité qu'au centre de l'échantillon. Ainsi, l'information d'intensité de signal permet de positionner le faisceau par rapport aux bords de l'échantillon. Un exemple de signal d'intensité d'un échantillon à l'état initial et déformé est donné figure II.24 dans lequel on peut observer un décalage vers le bas du profil d'intensité déformé induit par le déplacement de la zone de mesure lors de la déformation de l'échantillon.

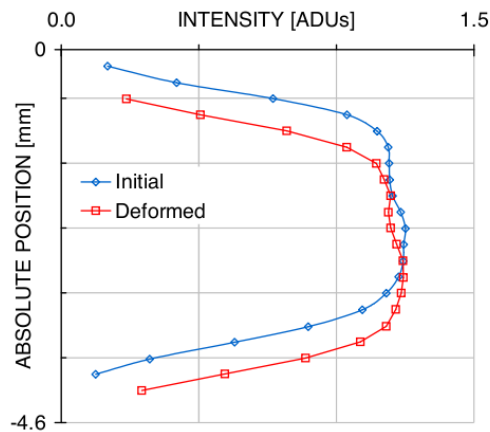


FIGURE II.24 – Profil d'intensité obtenu sur un échantillon de peuplier à l'état initial (bleu) et déformé (rouge) selon la position absolue mesurée sur l'échantillon

La technique d'analyse mise au point pour déterminer la position relative aux bords de l'échantillon est donnée en annexe 2. Cette méthode fournit plusieurs informations. La hauteur de l'échantillon est ainsi déterminée par diffraction et permet de valider la méthode, de même que la mesure de la déflexion de l'échantillon déformé peut être comparée à la déflexion théorique d'après la mesure de déformation réalisée avec les jauges. Les mesures de maille réalisées autour des bords sont positionnées en utilisant l'équivalence entre le ratio d'intensité et le volume de matière. Elle permet de plus de s'affranchir de corriger le comparateur de la déflexion théorique de l'échantillon qui est généralement biaisé par l'indentation aux appuis. Les résultats de mesure de la distance de maille  $d_{004}$  et de l'intensité peuvent donc se représenter selon la position relative aux bords, notée  $h$  (fig. II.25).

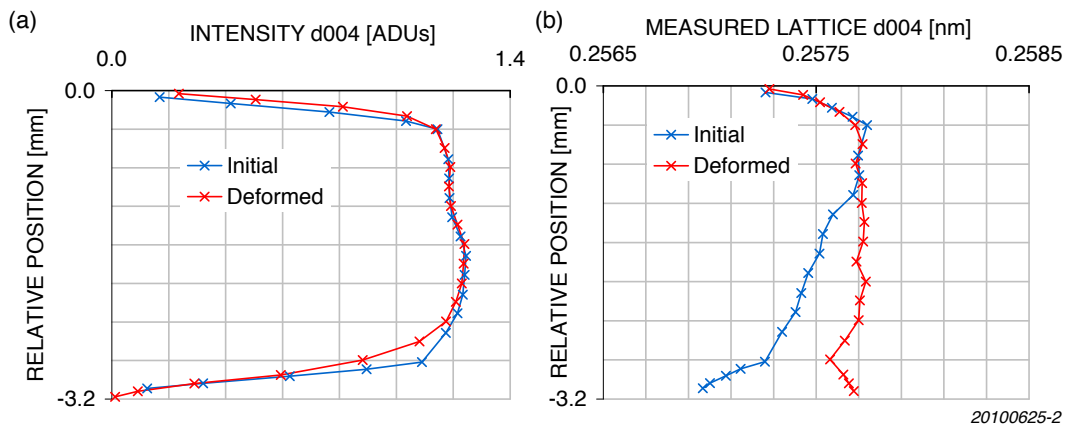


FIGURE II.25 – Profil relatif aux bords d'intensité (a) et de la distance de maille (b) d'un échantillon de peuplier à l'état initial (bleu) et déformé (rouge)

La mesure de la distance de maille est ensuite corrigée à partir de la mesure effectuée par le calibrant (fig. II.26).

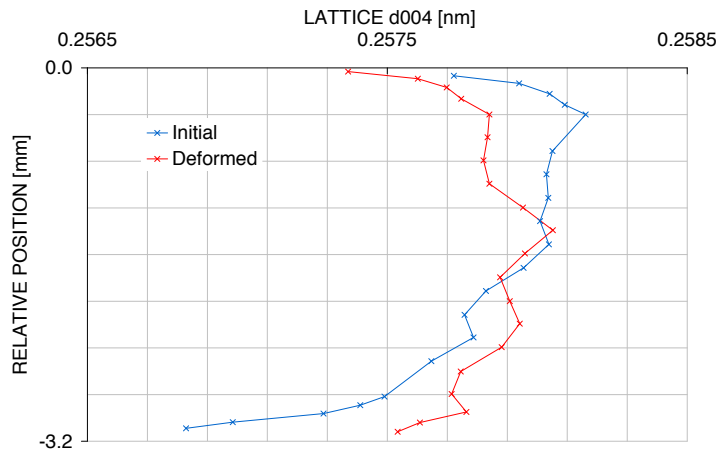


FIGURE II.26 – Profil relatif aux bords de la distance de maille corrigée d'un échantillon de peuplier à l'état initial (bleu) et déformé (rouge)

### II.4.1.3 Analyse mécanique

La comparaison des déformations entre l'échelle nanoscopique et macroscopique doit nécessairement s'effectuer à une même position et à un même instant. Le champ de déformation est alors dépendant de deux paramètres : l'instant de mesure  $t$  et la position  $H$ , et noté  $\varepsilon(H, t)$ .

La dépendance à la position a été mise en évidence précédemment. Les mesures de position  $h$  fournies par la méthode de détection des bords sont linéairement interpolées sur un domaine régulier de position imposées notées  $H$  pour le calcul de la déformation à une même position.

La mesure de la maille de cellulose est ponctuelle à un temps déterminé. Le temps de réalisation du parcours est de l'ordre de 30 min dans la configuration établie et débute par la zone de compression. La déformation de la cellulose cristalline dans la direction de la fibre est calculée par la relation :

$$\varepsilon_{004}(H, t) = \frac{d_{004}^{def} - d_{004}^{ini}}{d_{004}^{ini}} \quad (\text{II.4})$$

La déformation macroscopique longitudinale  $\varepsilon_L$  est mesurée avec un pas de temps régulier (de 10 secondes). Bien que la déformation macroscopique soit imposée, on observe une évolution de cette déformation de l'ordre de 5% (fig. II.27).

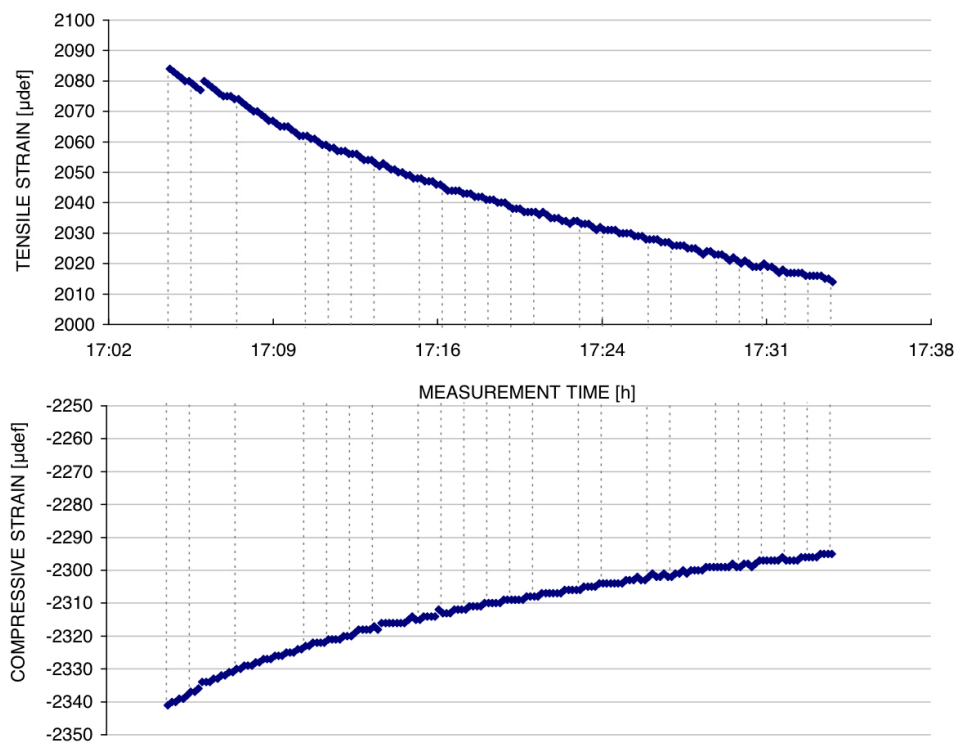


FIGURE II.27 – Déformations macroscopiques appliquées à l'échantillon en tension (haut) et en compression (bas)

A chaque instant  $t$  de mesure nanoscopique, les valeurs de déformations macroscopiques de tension et compression à la surface de l'échantillon mesurées par les jauges sont utilisées pour déterminer la déformation macroscopique à la position  $H$ .

Afin de comparer les déformations, il faut corriger l'orientation de la mesure macroscopique  $\varepsilon_L$  et la déterminer dans la direction des microfibrilles  $\varepsilon_\varphi$  :

$$\begin{aligned}\varepsilon_\varphi &= \cos^2(\varphi)\varepsilon_L + \sin^2(\varphi)\varepsilon_T \\ &= \varepsilon_L(1 - \sin^2(\varphi) * (1 + \nu_{LT}))\end{aligned}\tag{II.5}$$

avec  $\varphi$  l'angle des microfibrilles et  $\nu_{LT}$  le coefficient de Poisson longitudinal-transverse.

Les champs de déformation macroscopique et nanoscopique obtenus sont représentés en figure II.28.

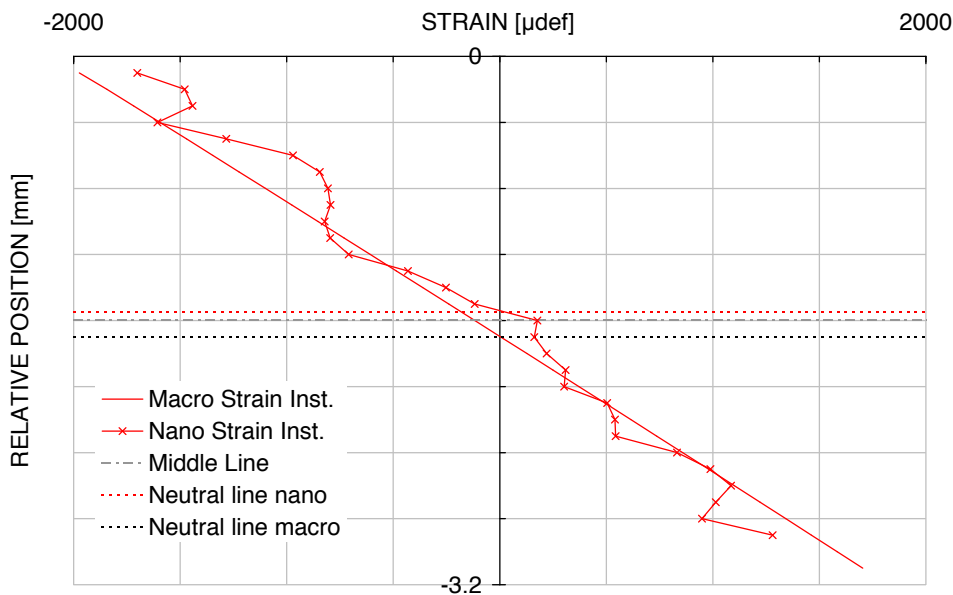


FIGURE II.28 – Champs de déformation nanoscopique de la cellulose  $\varepsilon_{004}$ , et macroscopique dans la direction des microfibrilles  $\varepsilon_{\phi}$

L'évolution de la ligne neutre par rapport à la ligne moyenne de l'échantillon est observable aux échelles nanoscopiques et macroscopiques. Elles restent proches de la ligne médiane de l'échantillon traduisant une linéarité du comportement mécanique.

## II.4.2 Mécanismes de déformation sous chargement élastique

Plusieurs essais similaires ont été réalisés au préalable. Des résultats incohérents furent obtenus et résolus par l'usage du calibrant, des améliorations des moyens d'usinage et d'intégration des diffractogrammes, ainsi que par la maîtrise des réglages machine. Il n'est ici présenté que les essais effectués avec un protocole « adapté ». La particularité de ce travail est l'étude du comportement en traction et en compression d'un même échantillon, au moyen de l'essai de flexion, par une mesure *in-situ* de la déformation nanoscopique de la cellulose comparée à la déformation macroscopique appliquée.

### II.4.2.1 Résultats

Dans le cas d'un chargement élastique, l'échantillon est sollicité à un niveau de déformation de l'ordre de  $\varepsilon_L = 0.2\%$  en tension et en compression. Le résultat donné en figure II.28 montre que la cellulose « suit » le profil de déformation macroscopique. Toutefois, cette représentation bien que physique n'est pas aisée pour calculer le ratio entre les déformations nanoscopiques et macroscopiques. Si l'on représente la déformation nanoscopique de la cellulose en fonction de la déformation macroscopique dans la direction des microfibrilles, le ratio de déformation est plus aisément calculable sur les zones de tension et compression (fig. II.29).

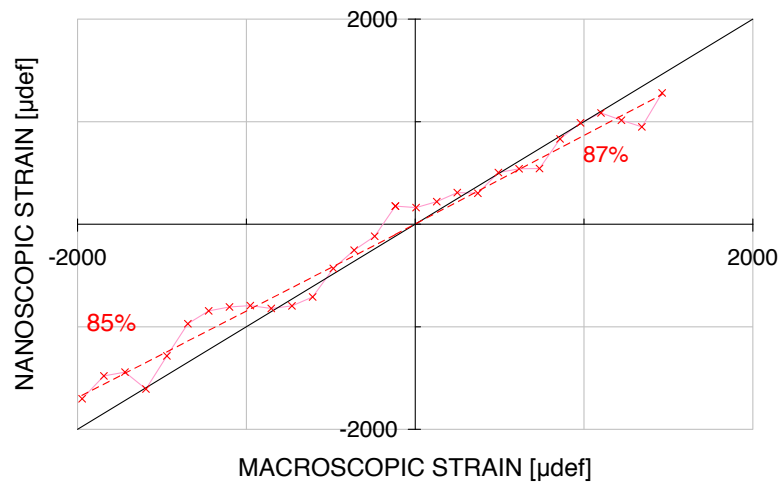


FIGURE II.29 – Comparaison entre la déformation nanoscopique de la cellulose et la déformation macroscopique dans la direction des microfibrilles ( $\varphi = 17$  degrés).

La précision de mesure de l'angle des microfibrilles est de l'ordre du degré. Dans cet exemple, l'évolution des ratios de déformation autour de la valeur d'angle de référence est de l'ordre du pour-cent (entre 16 et 18 cela implique 2 points supplémentaires au ratio). La variabilité intrinsèque du matériau est directement observable dans les résultats obtenus (fig. II.30).

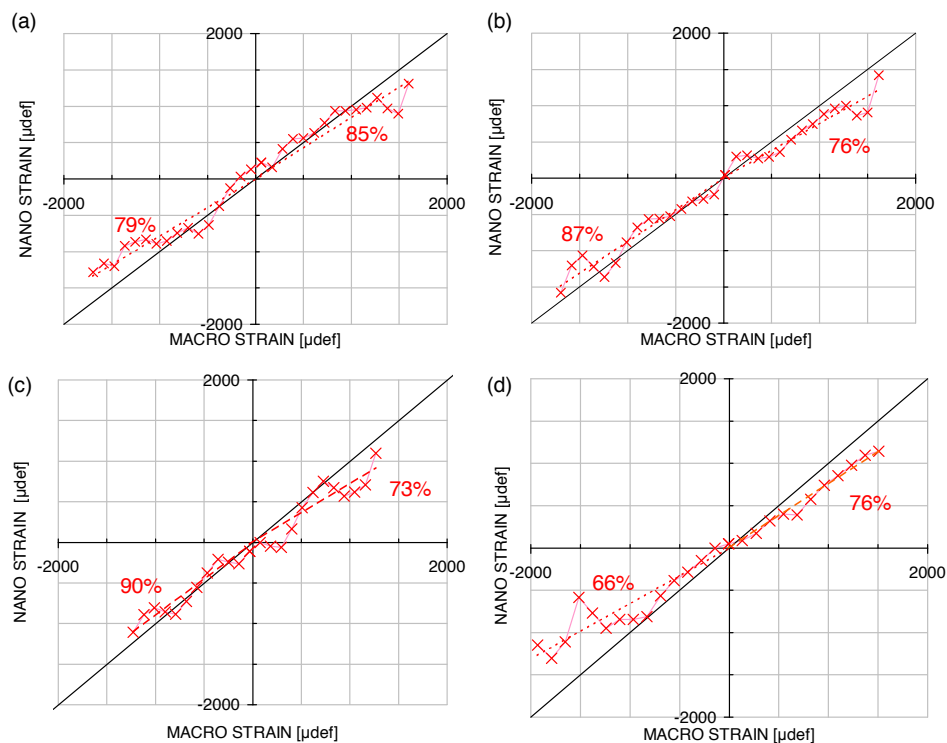


FIGURE II.30 – Résultats obtenus sur des échantillons de peuplier sollicités à environ  $\varepsilon_L = 0.2\%$ .

Bien qu'une différence de pente entre les comportements en traction et en compression



soit régulièrement observée, la précision de ces rapports de déformation et la variabilité du matériau ne permettent pas d'affirmer cette observation.

Si l'on fait la moyenne de ces résultats, les déformations nanoscopiques montrent un comportement linéaire proportionnel aux déformations macroscopiques appliquées avec un ratio moyen de l'ordre de 80%. Ces résultats confirment les résultats de tractions (Suzuki, 1968, 1984; Nakai *et al.*, 2005) et mettent en évidence la linéarité du comportement entre la traction et la compression.

### II.4.2.2 Discussion

La différence observée entre le comportement macroscopique et les processus de déformation de la cellulose cristalline peut avoir plusieurs origines possibles à différentes échelles de description. Dans les essais réalisés, cette différence s'élève à environ 20%. Bien que faible, il est intéressant d'analyser la provenance d'une telle différence.

Le principe physique de diffraction des rayons X ne livre des informations que sur les éléments cristallins, donc dans le cas du bois que sur la cellulose cristalline. Au sein des nanofibres de cellulose, la présence de la cellulose à l'état amorphe dans la continuité de la cellulose cristalline est une première source de discontinuité du comportement à l'échelle de la microfibrille (fig. II.31).

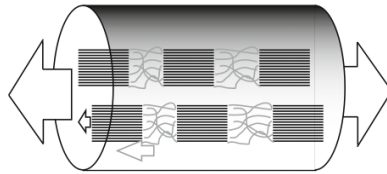


FIGURE II.31 – Illustration de l'implication des zones amorphes en séries des zones cristallines

Une seconde source de discontinuité a lieu à l'échelle des macromolécules. L'interface entre les nanofibres de cellulose enchâssées dans la matrice d'hémicellulose et de lignine est le lieu de cisaillement et de réorganisation des pontages entre les différents constituants lors d'une sollicitation. Cet effet est d'autant plus présent si l'on considère l'organisation des microfibrilles dans un modèle lenticulaire tel que proposé par Boyd (1982). A cette échelle, des ruptures du réseau microfibrillaire peuvent apparaître (fig. II.32).

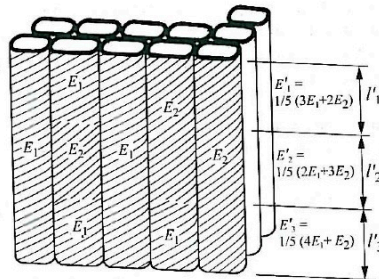


FIGURE II.32 – Illustration de ruptures du réseau microfibrillaire (Navi et Heger, 2005)

Une troisième source à l'origine des déformations non prises en charge par la cellulose a lieu dans l'organisation des fibrilles entre les différentes couches de la paroi cellulaire et dans les mobilités possibles entre couches.

Une autre source de différence peut exister dans la disposition entre les fibres par la présence de glissement ou de cisaillement en bout de fibres.

Les résultats apportés par la méthode mise au point sous diffraction de rayons X montrent que l'ensemble de ces effets sont faibles par rapport au comportement élastique instantané de la cellulose cristalline. Mais la description de ce comportement n'est qu'une étape importante que l'on peut compléter par l'identification du comportement de la cellulose lors d'une sollicitation proche de la limite d'élasticité macroscopique ou l'analyse de comportements différés sous climat constant ou variable.

### II.4.3 Evolution sous chargement limite élastique

Tous les essais précédents ont été réalisés avec des niveaux de déformation inférieurs à la limite élastique du matériau. L'évolution du comportement de la cellulose avec le niveau de déformation peut être étudiée par la même méthode mise au point. Au cours d'un essai le niveau de déformation appliqué a été augmenté à  $\varepsilon_L = 0,4\%$ , valeur maximale admise par le dispositif de translation. Un essai sur une machine de traction a été réalisé afin d'estimer les limites de linéarité mécaniques d'un échantillon similaire de peuplier. Les limites obtenues en déformation sont de l'ordre de  $\varepsilon_L^{tension} = 0.3\%$  et  $\varepsilon_L^{compression} = -0.22\%$ .

#### II.4.3.1 Résultats

Lors d'un premier parcours à un niveau de déformation macroscopique de  $\varepsilon_L \simeq 0,2\%$  des résultats similaires à ceux obtenus précédemment sont observés (fig. II.33).

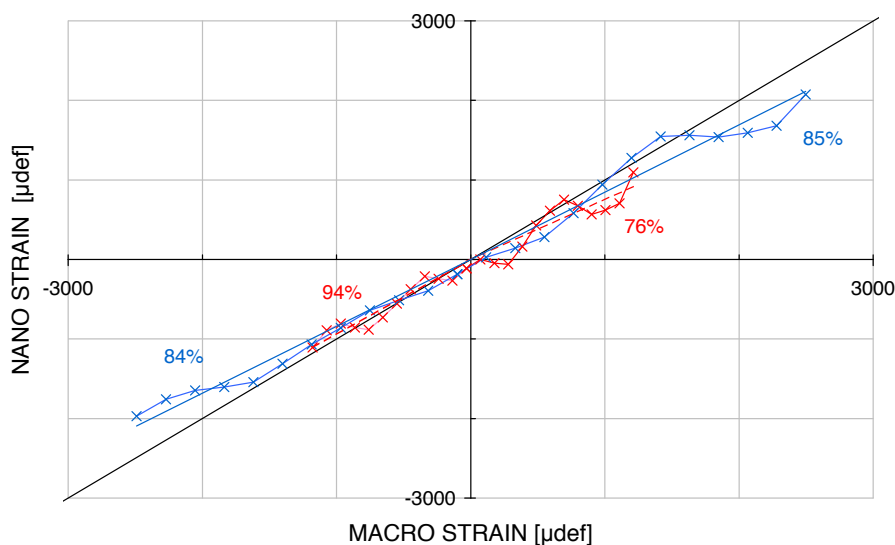


FIGURE II.33 – Comparaison des déformations aux échelles macroscopique et nanoscopique pour une déformation appliquée  $\varepsilon_L \simeq 0,2\%$  (×) et  $\varepsilon_L \simeq 0,4\%$  (×).

On peut noter pour cet essai un ratio plus élevée pour la zone en compression ( $\simeq 94\%$ ) que pour la zone en tension ( $\simeq 76\%$ ). Un second parcours a été réalisé à un niveau de déformation macroscopique de  $\varepsilon_L \simeq 0,4\%$ . Lors de ce second parcours, le ratio dans la zone sollicitée en compression est identique à celui observé dans la zone en tension ( $\simeq 84\%$ ).

### II.4.3.2 Discussion

Cet essai confirme les résultats précédents. pour un niveau de déformation macroscopique proche de la limite élastique. Un prochain essai similaire avec différents niveaux de chargements est à réaliser pour confirmer cet unique résultat. De plus, des niveaux de chargement supérieurs serait à réaliser pour analyser le comportement de la cellulose lors d'une sollicitation post-élastique.

## II.4.4 Evolution sous chargement viscoélastique

La description des mécanismes de déformation différés est analysée par la méthode mise au point avec la diffraction de rayons X. L'évolution de la déformation de la cellulose dans le comportement différé macroscopique du matériau autant en tension qu'en compression est observée.

Une fois l'échantillon sollicité à un taux de déformation inférieur à la limite élastique ( $\varepsilon_L = 0.2\%$ ), ce niveau de déformation est maintenu durant plusieurs jours pour réaliser un essai de relaxation. La mesure de l'environnement proche de l'échantillon s'avère être d'une très bonne stabilité thermique mais présente des cycles réguliers d'hygrométrie, laissant présager une configuration plus proche d'un essai mécanosorptif à grand nombre de cycles que d'un essai viscoélastique à climat constant (fig. II.34). Au cours de cet essai, aucun dispositif de régulation spécifique n'a été conçu pour réaliser ce type d'essai, et la mise au point d'un tel dispositif reste à ce jour une perspective à ce travail. Seule la climatisation de la salle d'expérimentation était activée. L'objectif ici s'inscrit dans une approche plus qualitative que quantitative des phénomènes différés.

### II.4.4.1 Résultats

La mesure de la déformation macroscopique montre une forte variation après l'imposition de la déformation, démontrant la nécessité de prendre en compte l'instant dans le calcul de déformation. Cette diminution élevée de la déformation peut provenir de phénomènes d'indentations localisés aux appuis. Toutefois la valeur de déformation macroscopique se stabilise après quelques heures et les niveaux de déformation moyenne atteints entre la déformation instantanée et différée sont similaires.

La déformation instantanée donnée en figure II.29 est à comparer avec le résultat obtenu après plusieurs jours de relaxation (fig. II.35). De façon analogue au cas élastique instantané, la déformation de la cellulose suit le champ de déformation macroscopique après relaxation.

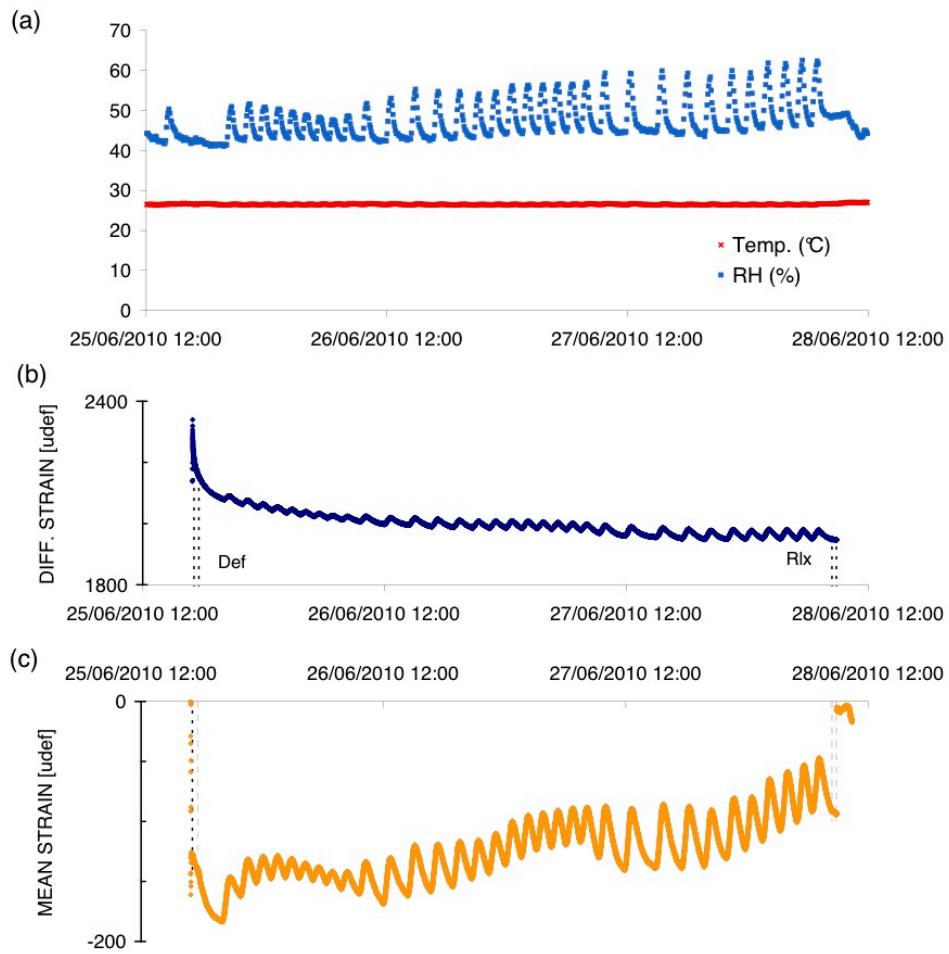


FIGURE II.34 – Evolution de l’environnement (a); température (rouge) et humidité relative (bleu); de la déformation différentielle macroscopique (b) et de la déformation moyenne macroscopique (c)

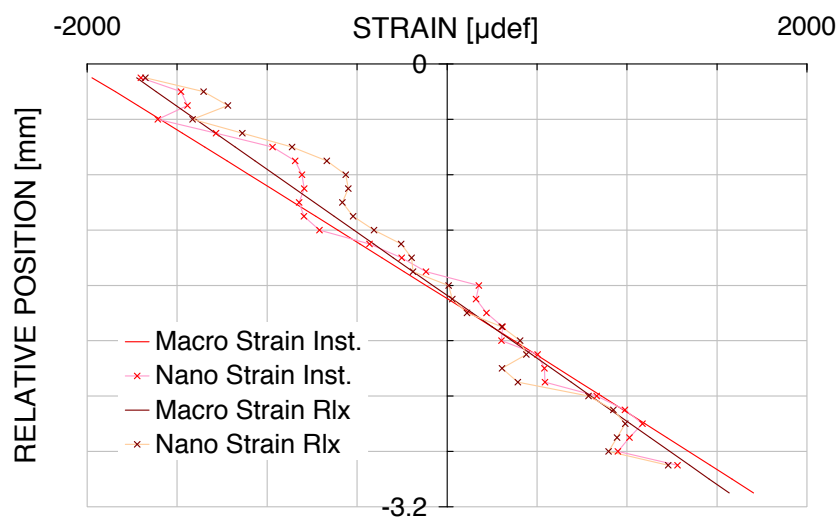


FIGURE II.35 – Champ de déformation de la cellulose à l’échelle nanoscopique instantanée et après relaxation ainsi qu’à l’échelle macroscopique appliquée selon la position relative

A l'échelle macroscopique, la relaxation du matériau s'est effectuée de façon plus prononcée dans la zone comprimée ( $\simeq -13\%$ ) que dans la zone tendue ( $\simeq -7\%$ ). La comparaison entre le comportement instantané et différé est observable sur la figure II.36. L'évolution de la déformation macroscopique (axe X) n'influe que très faiblement sur le ratio de déformation nano/macro.

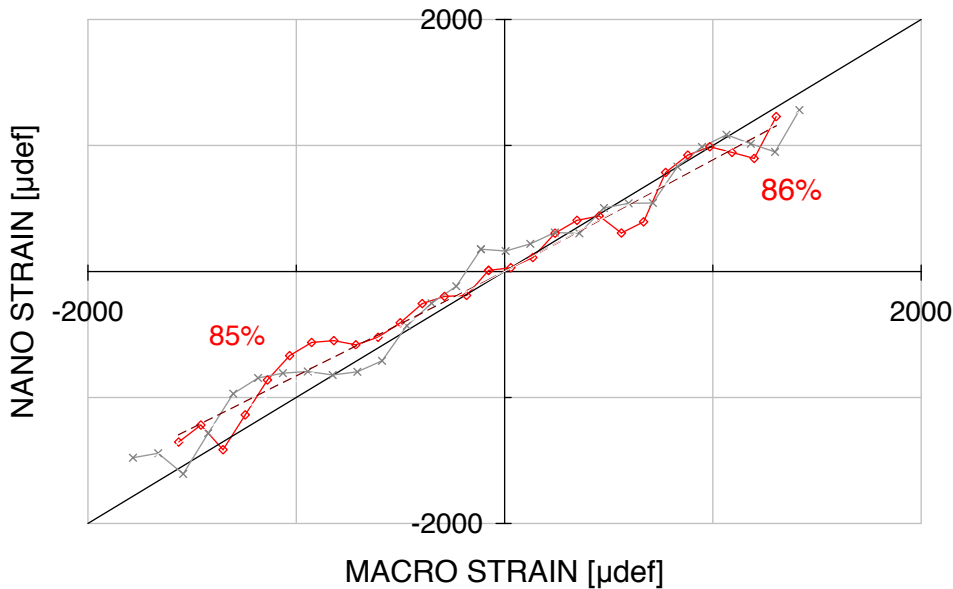


FIGURE II.36 – Comparaison des déformations aux échelles macroscopiques et nanoscopiques entre l'état instantané (x) et différé (◇).

Une similitude des profils est nettement observable. La diminution de la déformation macroscopique est induite par une recouvrance des déformations macroscopiques mais le ratio de déformation avec les déformations nanoscopiques reste constant.

Une fois le champ de déformation à l'état relaxé établi, la déformation appliquée a été retirée. La mesure de la déformation macroscopique longitudinale a été poursuivie durant cette phase (fig. II.37)

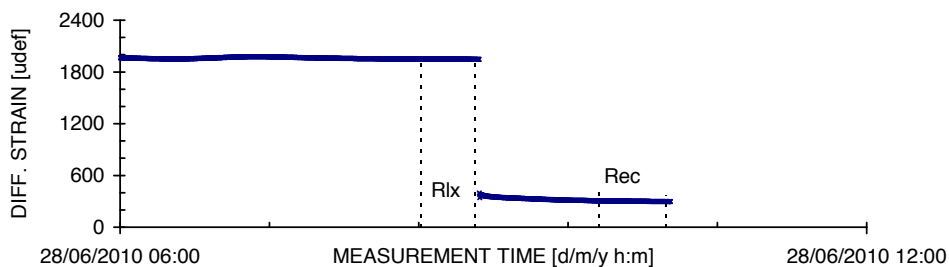


FIGURE II.37 – Evolution de la déformation macroscopique longitudinale durant la mesure du champ de déformation dans la phase de recouvrance

La mesure du champ de déformation recouvré a été établie une heure après l'enlèvement de la sollicitation. Lors de la recouvrance les déformations deviennent faibles (voire nulles dans le cas d'une recouvrance totale). La représentation de la déformation nanoscopique

en fonction de la déformation macroscopique n'est alors plus pertinente car elle tend vers le centre du graphique. La représentation des résultats est donnée selon la position relative sur l'échantillon (fig. II.38).

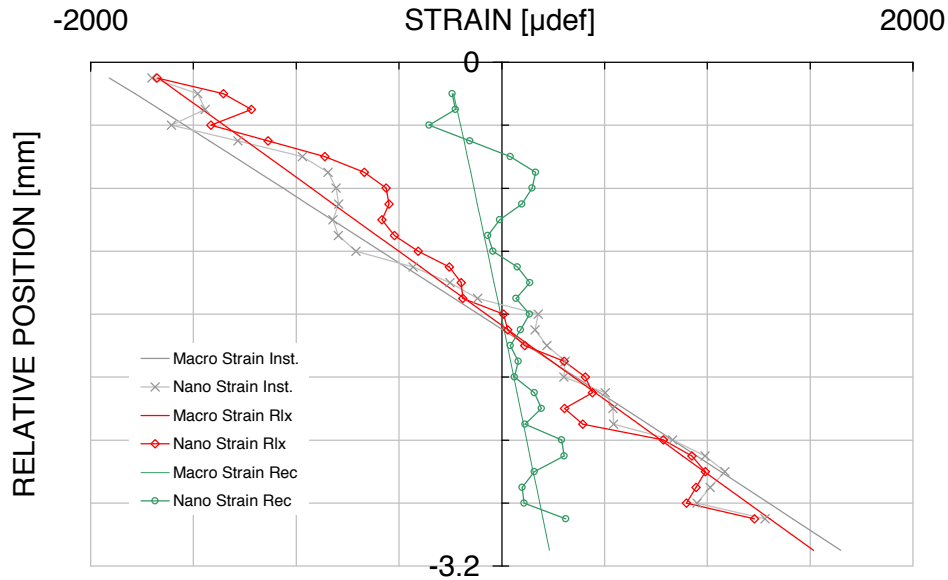


FIGURE II.38 – Champs de déformation de la cellulose à l'échelle nanoscopique instantanée ( $\times$ ), après relaxation ( $\diamond$ ) et lors de la recouvrance ( $\circ$ ) ainsi qu'à l'échelle macroscopique appliquée selon la position relative

A l'échelle macroscopique, une recouvrance des déformations partielles est observable. Il n'est pas permis après uniquement une heure de recouvrance de discuter de la présence d'une déformation permanente. Cependant, il est important de constater à nouveau que le champ de déformation nanoscopique suit le comportement macroscopique.

#### II.4.4.2 Discussion

Les résultats obtenus montrent que la cellulose suit le comportement macroscopique pour un taux de déformation macroscopique appliqué de  $\varepsilon_{004} = 0,2\%$ . Le temps ne modifie pas le comportement de la cellulose cristalline *in-situ*. La réalisation d'essais de fluage serait à privilégier par la suite.

## II.5 Perspectives dans la localisation des déformations

Les résultats obtenus ont montré la faisabilité et la validité de l'usage de la diffraction de rayons X dans l'étude du comportement de la cellulose, tant instantané que différé. Dans le comportement mécanique élastique, cette étude a mis en avant la linéarité de la déformation de la cellulose cristalline *in-situ*. Sa contribution a été montrée comme proportionnelle à la déformation macroscopique subie par les échantillons avec un ratio de déformation d'environ 80%.

Plusieurs perspectives à ce travail sont envisagées. Tout d'abord à court terme, des essais analogues à ceux réalisés vont être effectués pour analyser une possible limite de contribution de la cellulose cristalline par l'intermédiaire de différents niveaux de chargement instantanés et d'essais de fluage à environnement constant (bien que sans procédé de régulation).

Par la suite, l'analyse complète des pics effectuée par T. Alméras lors de l'étude du séchage sous diffraction de rayons X serait alors nécessaire pour distinguer les mécanismes présents au sein des différentes couches de la paroi. Cette méthode d'analyse des diffractogrammes peut apporter des informations intéressantes sur la répartition des déformations à l'échelle pariétale. Le travail mis au point pour des essais mécaniques va être poursuivi lors des prochains travaux réalisés en diffraction de rayons X. Ils seront complétés par des chargements hygroscopiques pour étudier les déterminants microstructuraux des couplages hygromécaniques dans le matériau. La stabilisation de l'environnement au sein de l'appareillage de diffraction, voire sa régulation, ainsi que l'établissement d'un protocole adapté (temps d'exposition, chargement hygromécanique, ...) seront une nécessité. Ce travail permettra de confronter les hypothèses mises en oeuvre sur l'origine de phénomènes mécanosorptifs à des résultats sur le comportement de la cellulose au sein de la paroi cellulaire. Réguler l'environnement hygrothermique pourrait permettre à plus long terme d'étudier la sensibilité de ces phénomènes lors de changements hydriques et/ou thermiques.

L'influence de l'angle des microfibrilles dans le comportement mécanique est majeure et susceptible de modifier le ratio de déformation nano/macro estimé au cours de ces essais. Expérimenter plusieurs échantillons à angle des microfibrilles différenciés permettrait d'estimer la contribution des interactions entre matrice et microfibrilles dans la part de déformation non prise en charge par la cellulose.

# Conclusion

---

L'objectif de ce travail était de caractériser expérimentalement le comportement différé du bois autant dans la description de sa cinétique d'évolution que dans l'analyse de ses déterminants microstructuraux.

L'**approche phénoménologique** menée a mis en évidence et décrit l'influence de différents paramètres déterminants de la complaisance viscoélastique.

- la dépendance au temps a été décrite expérimentalement et extrapolée de manière affine et grâce à un modèle parabolique. La comparaison de ces deux extrapolations du comportement a montré une cinétique plus proche de la physique en jeu lors des phénomènes de déformations du matériau par le modèle parabolique.
- la dépendance à la teneur en eau de cette cinétique a été déterminée pour des valeurs extrêmes de teneur en eau. Le concept d'équivalence temps-humidité initié par Hunt a pu être confirmé par des résultats expérimentaux.
- l'interaction des phénomènes mécanosorptifs sur la réponse viscoélastique au travers d'une approche inédite d'étude de la première adsorption et des cycles consécutifs représentés dans les trajectoires de fluage accréditant l'hypothèse que la mécanosorption est induite par un seul processus. L'apport de la mécanosorption dans la cinétique de fluage a pu être comparé au comportement viscoélastique à climat constant extrapolé par un modèle parabolique. La mécanosorption peut être perçue comme un décalage dans le temps en échelle logarithmique à laquelle s'ajoute un incrément de complaisance supplémentaire à la part de fluage dont la limite de linéarité est à établir.

L'application directe de cette approche pour les Eurocodes n'a pas montré comme insuffisante la norme relative au comportement à long terme des structures bois ( $k_{def}$ ).

Dans cette approche, la définition des limites de linéarité des comportements viscoélastiques et mécanosorptifs en fonction de la teneur en eau est une nécessité. L'étude de l'évolution du comportement mécanosorptif lors de nombreux changements de teneur en eau est une perspective envisageable offrant un contexte plus proche de l'usage du matériau en structure.

La collaboration avec Bertrand Marcon (2009) et Julien Colmars (2011) (LMGC, Montpellier) et Jean-Marie Husson *et al.* (2009) (3MsGC, Egletons) a permis de confronter les résultats expérimentaux obtenus aux modèles existants ainsi que de dégager les concepts à mettre en oeuvre pour mieux modéliser le comportement différé du matériau.



Parallèlement à cette description macroscopique du comportement, ce travail s'est accompagné d'une **approche systémique** sur le rôle des déterminants microstructuraux du bois et plus particulièrement de la contribution de la cellulose cristalline dans la déformation macroscopique du matériau. Cette approche a mis en évidence une contribution linéaire de la cellulose cristalline proportionnelle à la déformation macroscopique subie par le matériau. Les essais de recouvrance réalisés n'ont pas montré de changement de ce ratio de déformation par effet du temps.

Conjointement à ces deux approches, la combinaison des travaux de T. Alméras sur l'analyse des diffractogrammes de diffraction des rayons X selon les distributions d'angle des microfibrilles à l'échelle pariétales et l'approche menée dans ce document permettront la description du rôle de la cellulose dans le comportement différé viscoélastique et mécanosorptif. Les hypothèses émises sur les origines de la mécanosorption pourront être étudiées par cette collaboration. Ces questions pourront faire l'objet d'une étude à l'échelle macroscopique en environnement régulé sur les effets d'échelles et de cinétiques dans l'effet mécanosorptif. Le début de la thèse de A. Gronvold sur cette thématique permettra une continuité du savoir acquis dans l'équipe à travers ce travail de thèse et améliorer les moyens expérimentaux mis en oeuvre. Ce travail s'inscrira dans le contexte de l'action COST FP0904 « Thermo-Hydro-Mechanical Wood Behaviour and Processing » qui vient de débiter.

A plus long terme, la prise en compte des effets thermiques dans le comportement différé couplée à une approche thermodynamique multiphysique des phénomènes en jeu pour le matériau bois sont un thème de recherche porteur et peu étudié dans la littérature (Kitahara et Yukawa, 1964; Schniewind, 1968) ou dans les Eurocodes. Cette thématique peut s'accompagner de partenariats industriels sur l'analyse des procédés de mise en forme thermo-hydro-viscoélastiques et de collaboration avec l'IMMS (Vienne, Autriche) pour une description multi-échelles, le 3MsGC (Egletons, France) pour les applications au génie civil et l'EMPA (Zurich, Suisse) pour l'analyse multi-physique.





# Bibliographie

---

- K. Abe et H. Yamamoto. Mechanical interaction between cellulose microfibril and matrix substance in wood cell wall determined by x-ray diffraction. *Journal of wood science*, 51/4 :334–338, 2005.
- T. Alfrey. *Mechanical behavior of high polymers*. Interscience Publishers, 1948.
- T. Arima et P. Grossman. Recovery of wood after mechano-sorptive deformation. *Journal of the Institute of Wood Science*, 8/2, 1978.
- L. Armstrong et G. Christensen. Influence of moisture changes on deformation of wood under stress. *Nature*, 191/4791 :869–870, 1961.
- L.D. Armstrong et R.S.T. Kingston. Effect of moisture changes on creep in wood. *Nature*, 185/4716 :862–863, 1960.
- L. Armstrong et R. Kingston. The effect of moisture content changes on the deformation of wood under stress. *Australian journal of applied science*, 13/4 :257–276, 1962.
- R. Baettig. *Exploitation d'un rayonnement X polyénergétique pour la détermination de la teneur en eau et de l'angle des microfibrilles du bois : approche théorique et expérimentale*. PhD thesis, École Nationale du Génie Rural des Eaux et des Forêts, 2005.
- S. Bardet. *Comportement thermoviscoélastique transverse du bois humide*. PhD thesis, Université Montpellier 2, 2001.
- S. Bardet et J. Gril. Modelling the transverse viscoelasticity of green wood using a combination of two parabolic elements. *Comptes rendus mécanique*, 330/8 :549–556, 2002.
- Bernard Forest de Bélidor. *La Science des ingénieurs dans la conduite des travaux de fortification et d'architecture civile*. 1729.
- C. Bengtsson. Mechano-sorptive bending creep of timber - influence of material parameters. *Holz als Roh- und Werkstoff*, 59 :229–236, 2001.
- J. Boyd. *New perspectives in wood anatomy*, chapitre An anatomical explanation for viscoelastic and mechanosorptive creep in wood, and effects of loading rate on strength, pages 171–222. Martinus Nijhoff, 1982.

- I. D. Cave. Theory of x-ray measurement of microfibril angle in wood. *Forest products journal*, 16/10 :37–42, 1966.
- I. D. Cave. The anisotropic elasticity of the plant cell wall. *Wood science and technology*, 2/4 :268–278, 1968.
- J. Colmars. *Hygromécanique du matériau bois appliquée à la conservation du patrimoine culturel : étude sur la courbure des panneaux peints*. PhD thesis, Université de Montpellier 2, 2011.
- Georges-Louis Leclerc. Comte de Buffon. *Expériences sur la force des bois*. Mémoires de mathématique et de physique, 1740.
- W. J. Cousins. Elastic modulus of lignin as related to moisture content. *Wood Science and Technology*, 10(1) :9–17, Mars 1976.
- W. J. Cousins. Young’s modulus of hemicellulose as related to moisture content. *Wood Science and Technology*, 12(3) :161–167, Septembre 1978.
- R. W. Dent. Multilayer theory for gas sorption 1. sorption of a single gas. *Textile Research Journal*, 47(2) :145–152, 1977.
- J. Dlouhá. *Viscoelastic behavior of green wood along fibers : diversity and long term prediction*. PhD thesis, Université Montpellier 2, 2009.
- J. Dlouhá, B. Clair, O. Arnould, P. Horacek, et J. Gril. On the time-temperature equivalency in green wood : Characterisation of viscoelastic properties in longitudinal direction. *Holzforschung*, 63/3 :327–333, 2009.
- M. Fioravanti, N. Sodini, et P. Navi. Investigation of the influence of hemicelluloses on time dependant behavior of wood. Issu de *Proceedings of the International Conference on Integrated Approach to Wood Structure, Behavior and Application - Joint Meeting of ESWM and COST E35*, 2006.
- J. Gril. *Une modélisation du comportement hygro-rhéologique du bois à partir de sa microstructure*. PhD thesis, Université Paris 6, 1988.
- J. Gril et D. Hunt. Analysing wood creep at constant moisture content using phase diagrams. Issu de *Proceedings of the First international conference of the European Society for wood mechanics, 19th-21st April, 2001 - Lausanne, Switzerland*. Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne, 2001.
- J. Gril, D. Hunt, et B. Thibaut. Using wood creep data to discuss the contribution of cell-wall reinforcing material. *Comptes Rendus Biologies*, 327/9-10 :881–888, 2004.
- P. Grossman. Requirements for a model that exhibits mechano-sorptive behaviour. *Wood science and technology*, 10/3 :163–168, 1976.
- P. Grossman. Compact, simple stress-relaxation equipment. *Journal of applied polymer science*, 30/4 :1173–1175, 1985.

- P. Grossman et R. Kingston. Creep and stress relaxation in wood during bending. *Australian journal of applied science*, 5/4 :403–417, 1954.
- D. Guitard. *Mécanique du matériau bois et composites*. 1987.
- C. Habeger, D. Coffin, et B. Hojjatie. Influence of humidity cycling parameters on the moisture-accelerated creep of polymeric fibers. *Journal of polymer science*, 39(17) : 2048–2062, SEP 1 2001. ISSN 0887-6266.
- J. Hailwood et S. Horrobin. Absorption of water by polymers : analysis in terms of simple model. 1946.
- A. Hanhijärvi. Deformation kinetics based rheological model for the time-dependent and moisture induced deformation of wood. *Wood Science and Technology*, 29/3 :191–199, 1995.
- A. Hanhijärvi et D. G. Hunt. Experimental indication of interaction between viscoelastic and mechano-sorptive creep. *Wood science and technology*, 32/1 :57–70, 1998.
- R. Hearmon et J. Paton. Moisture content changes and creep of wood. *Forest products journal*, August :357–359, 1964.
- C. Huet. Représentation des modules et complaisances complexes dans les plans complexes arithmétique et logarithmique. *Cahiers du Groupe Français de Rhéologie*, 5/1 : 237–258, 1967.
- C. Huet. Quelques aspects du comportement thermo-hygro-viscoélastique. Issu de *Annales des sciences naturelles, 3e série - Botanique*, 1988.
- D. Hunt et J. Gril. Possible contribution of fibre slippage to the longitudinal creep of wood. Issu de *COST 508 - Wood mechanics. Workshop on service life assessment of wooden structures with special emphasis on the effect of load duration in various environments*, 1994.
- D. Hunt et J. Gril. Creep in wood and cell-wall properties. Issu de *International Conference of COST Action E8 : Mechanical performance of wood and wood products*, volume Wood-water relations, June 1997.
- D. G. Hunt. Dimensional changes and creep of spruce, and consequent model requirements. *Wood Science and Technology*, 31(1) :3–16, 1997.
- D. Hunt. Strain rate versus strain plots and creep-limit studies. Issu de *Proceedings of the First international conference of the European Society for wood mechanics, 19th-21st April, 2001 - Lausanne, Switzerland*. Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne, 2001.
- D. G. Hunt. Creep trajectories for beech during moisture changes under load. *Journal of materials science*, 19/5 :1456–1467, 1984.
- D. G. Hunt. Linearity and non-linearity in mechano-sorptive creep of softwood in compression and bending. *Wood science and technology*, 23/4 :323–333, 1989.

- D. G. Hunt. The prediction of long-time viscoelastic creep from short-time data. *Wood science and technology*, 38/7 :479–492, 2004.
- D. G. Hunt et C. Shelton. Stable-state creep limit of softwood. *Journal of material science letters*, 6/3 :353–354, 1987.
- D. G. Hunt et C. Shelton. Longitudinal moisture-shrinkage coefficients of softwood at the mechano-sorptive creep limit. *Wood Science and Technology*, 22/3 :199–210, 1988.
- D. Hunt. Longitudinal shrinkage-moisture relations in softwood. *Journal of Materials Science*, 25/8 :3671–3676, 1990.
- D. Hunt. A unified approach to creep of wood. Issu de *Proceedings of the Royal Society of London - Series A*, 1999.
- D. Hunt et J. Gril. Evidence of a physical ageing phenomenon in wood. *Journal of materials science letters*, 15 :80–82, 1996.
- J. Husson, F. Dubois, et N. Sauvat. Elastic response in wood under moisture content variations : analytic development. *Mechanics of Time-Dependent Materials*, 2009.
- P. Jodin. *Le bois. Matériau d'ingénierie*. 1994.
- R. Kingston et L. Clarke. Some aspects of the rheological behavior of wood. 1 : The effect of stress with particular reference to creep. *Australian Journal of Applied Science*, 6 : 211–226, 1961.
- K. Kitahara et K. Yukawa. The influence of the change of temperature on creep in bending. *Journal of Japan Wood Research Society*, 10 :169–175, 1964.
- R. Leicester. A rheological model for mechanosorptive deflections of beams. *Wood Science and Technology*, 5 :211–220, 1971.
- B. Marcon. *Hygromécanique des panneaux en bois et conservation du patrimoine culturel*. PhD thesis, Université Montpellier 2, 2009.
- A. Matar. *The mechano-sorptive creep of softwood in bending*. PhD thesis, Faculty of Engineering, Science and Technology, South Bank University, London, United Kingdom, May 2003.
- S. Mohager et T. Toratti. Long term bending creep of wood in cyclic relative humidity. *Wood Science and Technology*, 27(1) :49–59, Decembre 1993.
- J. Mukudai. Evaluation of linear and non-linear viscoelastic bending deflection of wood. *Wood Science and Technology*, 17 :39–54, 1983.
- J. Mukudai et S. Yata. Modelling and simulation of viscoelastic behavior (tensile strain) of wood under moisture change. *Wood Science and Technology*, 20 :335–348, 1986.
- J. Mukudai et S. Yata. Further modeling and simulation of viscoelastic behavior (bending deflection) of wood under moisture change. *Wood science and technology*, 21/1 :49–63, 1987.

- J. Mukudai et S. Yata. Verification of mukudai's mechano-sorptive model. *Wood science and technology*, pages 43–58, 1988.
- A. Mårtensson. Mechano-sorptive effects in wooden material. *Wood Science and Technology*, 28(6) :437–449, Septembre 1994.
- T. Nakai et P. U. A. Grossman. Deflection of wood under intermittent loading. *Wood Science and Technology*, 17(1) :55–67, Mars 1983.
- T. Nakai, H. Yamamoto, et T. Nakao. The relationship between macroscopic strain and crystal lattice strain in wood under uniaxial stress in the fiber direction. *Journal of wood science*, 51/2 :193–194, 2005.
- T. Nakai, H. Yamamoto, T. Nakao, et M. Hamatake. Mechanical behavior of the crystal lattice of natural cellulose in wood under repeated uniaxial tension stress in the fiber direction. *Wood Science and Technology*, 40/8 :683/695, 2006.
- M. Nakajima, Y. Furuta, Y. Ishimaru, et M. Ohkoshi. The effect of lignin on the bending properties and fixation by cooling of wood. *Journal of Wood Science*, 55 :258–263, 2009.
- T. Nakano. Analysis of creep of wood during water adsorption based on the excitation response theory. *Journal of Wood Science*, 45 :19–23, 1999. ISSN 1435-0211. 10.1007/BF00579519.
- P. Navi et F. Heger. *Comportement thermo-hydrromécanique du bois - Applications technologiques et dans les structures*. 2005.
- P. Navi et S. Stanzl-Tschegg. Micromechanics of creep and relaxation of wood. a review cost action e35 2004–2008 : Wood machining – micromechanics and fracture. *Holzforschung*, 63 :186–195, 2009. ISSN 0018-3830.
- T. Nishino, K. Takano, et K. Nakamae. Elastic-modulus of the cellulose regions of cellulose polymorphs. *Journal of Polymer Science Part B-polymer Physics*, 33 :1647–1651, 1995.
- A. Parent. *Expériences pour connaître la résistance des bois de chêne et de sapin*. Mémoires de mathématique et de physique, 1707.
- M. Peura, K. Kölln, I. Grotkopp, P. Saranpää, M. Müller, et R. Serimaa. The effect of axial strain on crystalline cellulose in norway spruce. *Wood Science and Technology*, 41(7) :565–583, Octobre 2007.
- M. Peura, M. Müller, U. Vainio, M.-P. Saren, P. Saranpää, et R. Serimaa. X-ray microdiffraction reveals the orientation of cellulose microfibrils and the size of cellulose crystallites in single norway spruce tracheids. *Trees*, 22/1 :49–61, 2008.
- A. Ranta-Maunus. The viscoelasticity of wood at varying moisture content. *Wood science and technology*, 9/3 :189–205, 1975.
- J. Ruelle. *Analyse de la diversité du bois de tension de 3 espèces d'angiospermes de forêt tropicale humide de Guyane française*. PhD thesis, Université Antilles Guyane, 2006.



- J. Salençon. *Viscoélasticité pour le calcul des structures*. 2009. ISBN : 978-2-7302-1557-2.
- L. Salmén et E. Bergström. Cellulose structural arrangement in relation to spectral changes in tensile loading ftir. *Cellulose*, 16 :975–982, 2009. ISSN 0969-0239. 10.1007/s10570-009-9331-z.
- L. Salmén et I. Burgert. Cell wall features with regard to mechanical performance. a review cost action e35 2004–2008 : Wood machining – micromechanics and fracture. *Holzforschung*, 63(2) :121–129, Mars 2009. ISSN 0018-3830.
- A. P. Schniewind. Über den einfluss von feuchtigkeitsänderungen auf das kriechen von buchenholz quer zur faser unter berücksichtigung von temperatur und temperaturänderungen. *Holz als Roh- und Werkstoff*, 24/3 :87–97, 1966.
- A. P. Schniewind. Recent progress in the study of the rheology of wood. *Wood Science and Technology*, 2(3) :188–206, Septembre 1968.
- J. F. Siau. *Transport processes in wood*. 1984.
- W. T. Simpson. Predicting equilibrium moisture content of wood by mathematical models. *Wood and fiber science*, 5/1 :41–49, 1974.
- C. Skaar. *Wood-water relations*. Springer Verlag, 1988.
- N. Sobue, Y. Shibata, et T. Mizusawa. X-ray measurement of lattice strain of cellulose crystals during the shrinkage of wood in the longitudinal direction. *Mokuzai Gakkaishi*, 38/4 :336–341, 1992.
- M. Suzuki. Mechanical deformation of crystal lattice of cellulose in hinoki wood. *Mokuzai Gakkaishi*, 14/5 :268–275, 1968.
- M. Suzuki. Creep of the crystal lattice of cellulose in wood. Issu de *Pacific regional wood anatomy conference*, 1984.
- T. Toratti. The creep properties of kerto-laminated-veneer-lumber. Technical report, Helsinki University of Technology - Laboratory of structural engineering and building physics, 1988.
- T. Toratti. Creep of wood in varying environment humidity - part 1 simulation of creep. Technical report, Helsinki university of technology, Laboratory of structural engineering and building physics, 1991a.
- T. Toratti. A study on the existense of a mechano-sorptive creep limit considering available test results. 1991b.
- P. Vincent. *Mise en place d'un dispositif expérimental pour la caractérisation du comportement viscoélastique thermoactivé du bois vert*. PhD thesis, Université Montpellier 2, 2002.

- P. Vincent, S. Bardet, P. Tordjeman, et J. Gril. Analysis of viscoelastic properties of green poplar in torsion. Issu de *International Conference on integrated approach to wood structure, behaviour and applications. Joint meeting of ESWM and Cost Action E35*, Florence, Italy, May, 15th-17th 2006.
- H. Yamamoto, T. Okuyama, et M. Yoshida. Method of determining the mean microfibril angle of wood over a wide-range by the improved cave's method. *Mokuzai Gakkaishi*, 39(4) :375–381, 1993. ISSN 0021-4795. 42nd Annual meeting of the Japan Wood Research Soc., Nagoya, JAPAN, Apr, 1992.

*Les éléments cités dans ce document sont disponibles en format électronique*  
<http://www.lmgc.univ-montp2.fr/~montero/>



# Annexes

---



# 1. Analyse anatomique de la section

L'analyse anatomique des section à fait l'objet d'une procédure automatisée d'étude des sections de coupe effectuées. La méthode nécessite à l'utilisateur d'entrer la ligne de face incidente (ligne 1) et la ligne de face sortante (ligne 2) ainsi que le nombre de section désirées  $n$  (fig. 39).

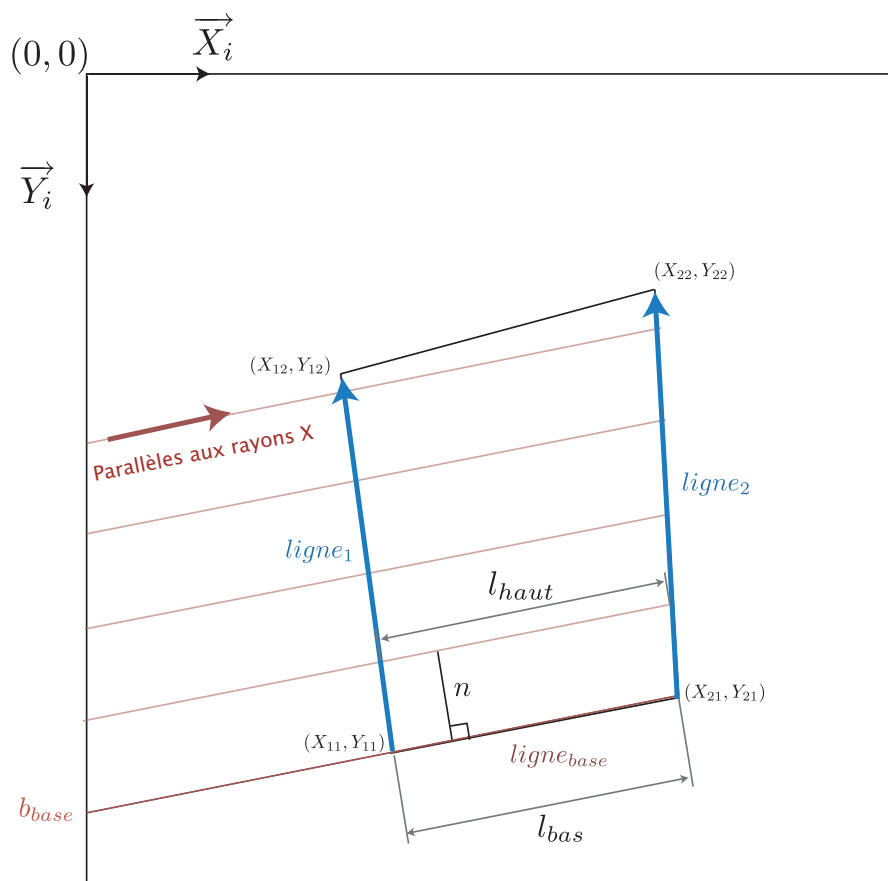


FIGURE 39 – Illustration de principe de la procédure d'analyse des sections anatomiques mises au point sur ImageJ

A partir de ces informations, les coefficients directeurs  $a$  et ordonnées à l'origine  $b$  sont établis à partir des coordonnées des points  $X_{ij}$  et  $Y_{ij}$  données lors de la création des lignes. L'angle entre la face entrante et la ligne de base parallèle au faisceau de rayons X est déterminée et donné à l'utilisateur sous la forme de décalage de la face entrante (en mm). Il est ensuite déterminé les  $n$  segments d'analyse dans lesquels sont établis la position de la valeur moyenne des niveaux de gris servant à l'étude de l'hétérogénéité intra-échantillon. Pour chaque segment l'épaisseur de l'échantillon est déterminé pour établir la distance  $D_b$ .



## 2. Méthode de détection des bords de l'échantillon

L'intensité du faisceau diffracté est directement dépendante de la quantité de matière atteinte par celui-ci. L'équation 6 lie l'intensité du signal diffracté mesuré  $I$  sur l'intensité du faisceau entièrement dans la matière.

$$\frac{I}{I_0} = \frac{S}{S_0}(d) \quad (6)$$

$I$  : Intensité mesurée,  $I_0$  : Intensité faisceau entièrement dans matière,  $S$  surface de matière diffractante,  $S_0 = \pi R^2$  surface d'air du faisceau ( $R$  rayon du faisceau rayon X).

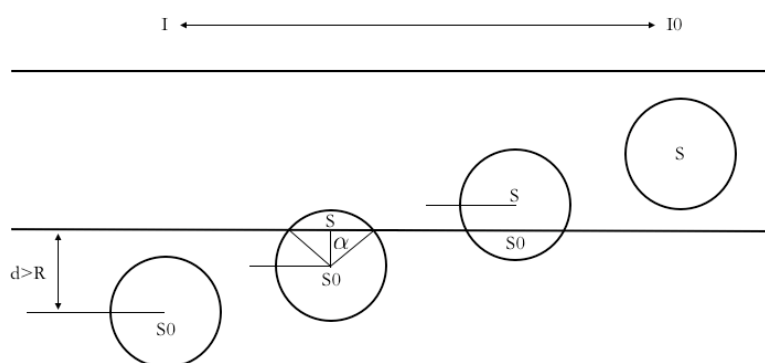


FIGURE 40 – Illustration de l'interprétation des données aux bords de l'échantillon pour différentes position du faisceau

La surface de bois diffractante vaut :

$$S = 2 \int_0^\alpha R \sin(\alpha) dy = 2R^2 \int_0^\alpha \sin(\alpha)^2 d\alpha = R^2 \left( \alpha - \frac{\sin(\alpha)}{2} \right)$$

On vérifie bien que pour  $\alpha = 0$ , il n'y a pas de surface de matière diffractante (i.e.  $S = 0$ ) et lorsque  $\alpha = \pi$  la surface diffractante est la surface totale (i.e.  $S = S_0$ ). Le rapport des surfaces s'écrit donc :

$$\frac{S}{S_0} = \frac{1}{\pi} \left( \alpha - \frac{\sin(\alpha)}{2} \right)$$

Le positionnement de la mesure de la distance de maille sur l'échantillon est déterminé à partir du barycentre de la surface diffractante, déterminé par soustraction du barycentre d'une portion angulaire de cercle et de celui d'un triangle rectangle :

$$y_G = \frac{R}{3} \frac{2\sin(\alpha) - \sin(2\alpha)\cos(\alpha)}{\alpha - \frac{\sin(\alpha)}{2}} \quad (7)$$







## Caractérisation du comportement viscoélastique asymptotique du bois

---

L'effet du temps sur le comportement mécanique du matériau bois est déterminant aussi bien dans l'étude biomécanique de des arbres, que dans la réponse des structures bois ou encore dans l'optimisation des procédés de transformation et de conservation de ce matériau. Du fait de la nature polymérique de ses constituants, le bois présente une viscoélasticité fortement dépendante de l'humidité et de la température de l'environnement. Une variation de la teneur en eau sous chargement mécanique a pour effet d'accroître le fluage ou la relaxation, connu sous le nom d'effet mécanosorptif. Les phénomènes mécanosorptifs sont généralement considérés comme indépendants du temps. Toutefois, les contributions du temps et des variations de teneur en eau sont délicates à séparer.

Une approche phénoménologique expérimentale a été mis en oeuvre à partir d'essais de fluage à long terme pour décrire la cinétique d'évolution longitudinale d'origine viscoélastique et l'extrapoler au moyen de modèles paraboliques. Les résultats obtenus ont permis d'évaluer un niveau limite de complaisance pour des temps infinis. Les effets mécanosorptifs ont pu être comparés à cette description viscoélastique semblant mettre en évidence des phénomènes irréversibles.

La compréhension des mécanismes en jeu lors de ces processus complexes a fait l'objet d'une étude particulière du comportement *in-situ* de la cellulose par des expérimentations de diffraction de rayons X. Ce travail a montré un comportement de la cellulose cristalline se déformant proportionnellement à la déformation macroscopique. Le travail réalisé vise à apporter des éléments fondamentaux pour améliorer la compréhension des mécanismes de déformation du bois, confronter les normes en vigueur dans son usage à long terme en structure (Eurocodes 5) et développer les lois de comportement mécaniques macroscopiques.

**Mot-clefs :** bois, rhéologie, viscoélasticité, mécanosorption, couplage hygromécanique, cellulose, microstructure, diffraction des rayons X

.....

## Characterization of asymptotic viscoelastic behaviour of wood

---

The effect of time on mechanical behaviour of wood is decisive for biomechanical study of trees as well as response of timber structures or improvement of transformation process and preservation of this material.

Originating from the polymeric nature of its constituents, wood presents a viscoelastic behaviour highly dependent on humidity and temperature of the environment. A moisture content change combined with mechanical loading creates an increase of creep or relaxation, known as mechanosorptive effect. Mechanosorptive effects are usually considered as time-independent. However the contributions of time and moisture content change are delicate to separate.

An experimental phenomenological approach has been implemented based on long term creep test to describe longitudinal viscoelastic kinetics of evolution and extrapolate using parabolic models. The results obtained allow to quantify a finite value of compliance to infinite time. Mechanosorptive effects have been compared to this viscoelastic description and figure out irreversible phenomena.

To understand the underlying mechanisms a specific analysis of in-situ cellulose behaviour by X-ray diffraction experiments has been conducted. The behaviour of crystalline cellulose reveals a proportional relation to macroscopic strain until a limit value is reached where the cellulose does not deform any more.

This work aims at gathering fundamental elements for a better understanding of deformation mechanisms of wood, setting actual standards against the long term creep prediction of timber (Eurocode 5) and developing constitutive equations of wood.

**Keywords :** wood, rheology, viscoelasticity, mechanosorption, hygromechanical coupling, cellulose, microstructure, X-ray diffraction